

**Einfluss unterschiedlicher
Schleudergussverfahren bei Ti-6Al-4V auf
die Eignung als Knieendoprothesen**

Dissertation

Zur Erlangung des Doktorgrades
der Ingenieurwissenschaften

Vorgelegt von

Eva Weber

aus Erlangen

genehmigt von der
Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung
5. November 2019

Dekan

Prof. Dr.-Ing. Karl-Heinz Spitzer

Vorsitzende/Vorsitzender der Promotionskommission

Prof. Dr. rer. nat. Albrecht Wolter

Betreuer:

Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Wagner

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. Volker Wesling

Danksagung

Zuallererst möchte ich mich bei Herrn Professor Wagner für die Überlassung der Projektleitung des Osteofit-Projekts bedanken, in dessen Rahmen die Dissertation entstanden ist.

Besonderer Dank gilt meinen Kollegen am IWW. Ihre Unterstützung und die anregenden Diskussionen haben maßgeblich zum Fertigstellen dieser Arbeit beigetragen.

Ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern und meinen Brüdern, ohne deren Unterstützung auf meinem bisherigen Lebensweg diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre.

Inhalt

1	Motivation.....	1
2	Einleitung	2
3	Grundlagen.....	5
3.1	Titan.....	5
3.1.1	Ti-6Al-4V.....	6
3.1.2	Titan als Biomaterial	7
3.1.3	Schleudergegossenes Ti-6Al-4V	8
3.1.3.1	LINN-Verfahren.....	9
3.1.3.2	Leicomelt-Verfahren.....	10
3.2	Korrosion	12
3.3	Mechanische Prüfung.....	18
3.3.1	Zugversuch	18
3.3.2	Härteprüfung.....	20
3.3.3	Umlaufbiegeprüfung.....	21
3.4	Oberflächenbehandlung	21
3.4.1	Elektropolieren.....	21
3.4.2	Kugelstrahlen	22
4	Versuchsmaterial	23
5	Versuchsaufbau und –durchführung	25
5.1	Wärmebehandlung.....	25
5.2	Metallographie	26
5.3	Zugversuch	27
5.3.1	Versuchsaufbau.....	27
5.3.2	Versuchsdurchführung.....	27
5.4	Härteprüfung.....	28

5.4.1	Versuchsaufbau.....	28
5.4.2	Versuchsdurchführung.....	28
5.4.2.1	Härteprüfung nach Vickers	29
5.4.2.2	Mikrohärteprüfung.....	29
5.5	Korrosionsversuche	30
5.5.1	Versuchsaufbau.....	30
5.5.2	Versuchsdurchführung.....	30
5.6	Kugelstrahlen.....	31
5.6.1	Versuchsaufbau.....	31
5.6.2	Versuchsdurchführung.....	31
5.7	Elektropolieren.....	32
5.8	Umlaufbiegeversuche	33
5.8.1	Versuchsaufbau.....	33
5.8.2	Versuchsdurchführung.....	33
6	Ergebnisse und Auswertung	35
6.1	Metallographie	35
6.1.1	Lieferzustand der gegossenen Ti-6Al-4V Stäbe	35
6.1.2	LINN-Proben.....	37
6.1.3	Leicomelt-Proben.....	38
6.2	REM und EXD-Analyse	40
6.2.1	LINN-Proben.....	40
6.2.2	Leicomelt-Proben.....	43
6.3	Zugversuch	45
6.3.1	Zugversuch der LINN – Proben	45
6.3.1.1	Mechanische Eigenschaften	45
6.3.1.2	Bruchflächenanalyse.....	47

6.3.2	Zugversuche der Leicomelt-Proben	50
6.3.2.1	Mechanische Eigenschaften	50
6.3.2.2	Bruchflächenanalyse.....	52
6.4	Härte.....	53
6.4.1	Härteprüfung nach Vickers	53
6.4.2	Mikrohärte nach Vickers	54
6.4.2.1	Mikrohärteverlauf der kugelgestrahlten LINN-Proben	54
6.4.2.2	Mikrohärteverlauf der kugelgestrahlten Leicomelt-Proben	55
6.5	Umlaufbiegeversuche	56
6.5.1	Umlaufbiegeversuche der LINN-Proben	56
6.5.2	Umlaufbiegeversuche am Lieferzustand (as-received) der Leicomelt-Proben	60
6.5.3	Umlaufbiegeversuche am wärmebehandelten Zustand der Leicomelt-Proben.....	61
6.5.4	Vergleich der Umlaufbiegeversuche der LINN- und Leicomelt-Proben am as-received Zustand	68
6.6	Korrosion	69
6.6.1	Korrosion an LINN-Proben	69
6.6.2	Korrosion an Leicomelt-Proben	72
6.6.2.1	Korrosion an as-received Proben	72
6.6.2.2	Korrosion an wärmebehandelten Proben (WB Nr. 12)	76
6.6.2.3	Korrosion an wärmebehandelten Proben (WB-Nr. 13).....	79
6.6.2.4	Vergleich der Korrosionseigenschaften der Leicomelt-Proben in as-received und wärmebehandelten Zuständen.....	83
6.6.3	Vergleich der Korrosionsergebnisse aus den LINN- und Leicomelt-Gussverfahren.....	83
7	Zusammenfassung	85

7.1	LINN-Verfahren	85
7.2	Leicomelt-Verfahren	85
8	Fazit.....	88
9	Ausblick	89
	Literaturverzeichnis	90
	Abbildungsverzeichnis	95
	Tabellenverzeichnis.....	99
	Anhang	100

1 Motivation

Im Rahmen des KMU-Innovativ – Verbundprojektes: verschleißarmes knochen-induktives Knieimplantatsystem auf Basis Titan (OSTEOFIT) (FKZ: 13GW0020C) wurde zusammen mit den Verbundpartnern Peter Brehm Chirurgie-Mechanik e.K., Access e.V. Medimet GmbH und dem zfmU Universität Ulm an einer neuartigen Knieprothese geforscht. Die Knieprothese soll aus schleudergegossenem Ti-6Al-4V hergestellt werden. Durch die Bioaktivität des Materials kann durch die richtige Oberflächenbeschaffenheit ein Einwachsen des Knochens gefördert werden. Dadurch kann auf das Verwenden von Knochenzement zur Fixierung des Implantats verzichtet werden.

In dem Projekt wurde Material zweier verschiedener Gussverfahren verglichen, welches bei der Firma Access e.V. produziert wurde. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die beiden Prozessrouten auf ihre Eignung für die Herstellung von schleudergegossenem Ti-6Al-4V zu untersuchen. Dies geschieht, indem durch geeignete Wärmebehandlung des schleudergegossenen Materials die für Endoprothesen wichtigen mechanischen Eigenschaften eingestellt werden. Die signifikantesten mechanischen Kennwerte sind die Zugfestigkeit R_m , die Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Bruchdehnung A , die in einer ASTM-Norm für schleudergegossenes Ti-6Al-4V als Implantatwerkstoff [1] festgelegt sind. Weiterhin sind das Werkstoffverhalten bei zyklischer Beanspruchung sowie das Korrosionsverhalten des schleudergegossenen Ti-6Al-4V von Belang. Die besondere Herausforderung hierbei besteht darin, dass sich während des gesamten Herstellungsprozesses keine α -case Schicht bilden darf [1].

2 Einleitung

Diese Arbeit ist im Zusammenhang mit dem Verbundprojekt Osteofit entstanden. Ziel dieses Projektes ist es, durch ein geeignetes Schleudergussverfahren Knieprothesen aus der Legierung Ti-6Al-4V herzustellen. Eine Herstellung der Prothesen durch ein Gussverfahren soll passgenaue Prothesen ohne viel Nachbearbeitungsaufwand ermöglichen.

Durch die steigende Lebenserwartung der Menschen steigt auch die Anzahl der endoprothetischen Kniegelenkersätze [2]. Eine Studie von Falbrede et al. [3] zeigt, dass die Zahl der Knieendoprothesen allein in Deutschland von 128.920 Implantaten im Jahre 2005 auf 154.703 im Jahre 2008 gestiegen ist. Durch diese steigende Zahl der Prothesen steigt folglich auch die Zahl der Revisionen, d.h. ein Austausch der implantierten Prothese gegen eine neue. [3] Es gibt mehrere Gründe eine Revision durchzuführen. Der häufigste ist eine Lockerung der Prothese. Dies kann viele verschiedene Ursachen haben, wie Materialabrieb, Verschleiß, Fehldimensionierung, Fehlpositionierung, Fertigungsfehler, Materialermüdung, Korrosion, Infektion sowie Allergien. [4] Aufgrund der hohen Anforderungen an den Prothesenwerkstoff ist die Werkstoffauswahl für Knieprothesen beschränkt. Durch den natürlichen Bewegungsablauf während eines Schrittes ist die Tibia-Komponente (Unterschenkel) der Prothese Druck-, Scher- und/oder Rotationsbelastungen ausgesetzt. Durch die wechselnde Belastung kann es zu Ermüdungsbrüchen kommen. Die Femur-Komponente (Oberschenkel) wird ebenfalls auf Druck belastet, zeitgleich kann es durch Reibung zu Verschleiß kommen. In Abbildung 1 ist ein typischer Aufbau einer Knieprothese gezeigt. Die am häufigsten verwendeten Prothesen werden aus einer Kobalt-Chrom- oder Chrom-Kobalt-Molybdän-Legierung hergestellt, welche als Reibpartner Ultra-Hoch-Molekulares-Polyethylen (UHMWPE) verwenden [5]. Ein großes Problem sind die Metallunverträglichkeiten, die auftreten können und zu einer Abstoßungsreaktion des Körpers gegen das Implantat führen würden. Statistiken zeigen, dass 13,1% der Männer und mehr als 20% der Frauen auf Nickel, 2,4% der Menschen auf Kobalt und 1,1% auf Chrom allergisch reagieren. [2] Die Zahlen für Kobalt und Chrom mögen nicht sehr hoch erscheinen, es bedeutet allerdings, dass

von den 154.703 implantierten Prothesen aus dem Jahre 2005 3.712 aufgrund einer Kobalt-Unverträglichkeit hätten abgestoßen werden können. Bei einer Chrom-Unverträglichkeit läge der Wert für 2005 bei 1.702 möglichen Abstoßungsreaktionen. Basierend auf diesen Zahlen muss für Allergiker eine Prothese aus einem alternativen Werkstoff angeboten werden. Ein Material, dem eine sehr gute Bioverträglichkeit zugeschrieben wird, ist Titan. Titan gehört mit einer Dichte von $4,5 \text{ g/cm}^3$ zu den Leichtmetallen. Es weist im Vergleich zu Stahl und den in der Endoprothetik verwendeten Kobalt-Chrom-Legierungen einen geringen Elastizitätsmodul (E-Modul) auf. Besonders im Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften ist Titan, aber auch einige Titan-Legierungen, geeigneter als Biomaterial als andere Werkstoffe. Zudem besitzen Titan und Titan-Legierungen hervorragende Korrosionseigenschaften, welche ein Material besitzen muss, um mit den im menschlichen Körper vorherrschenden Bedingungen zurechtzukommen. [6]

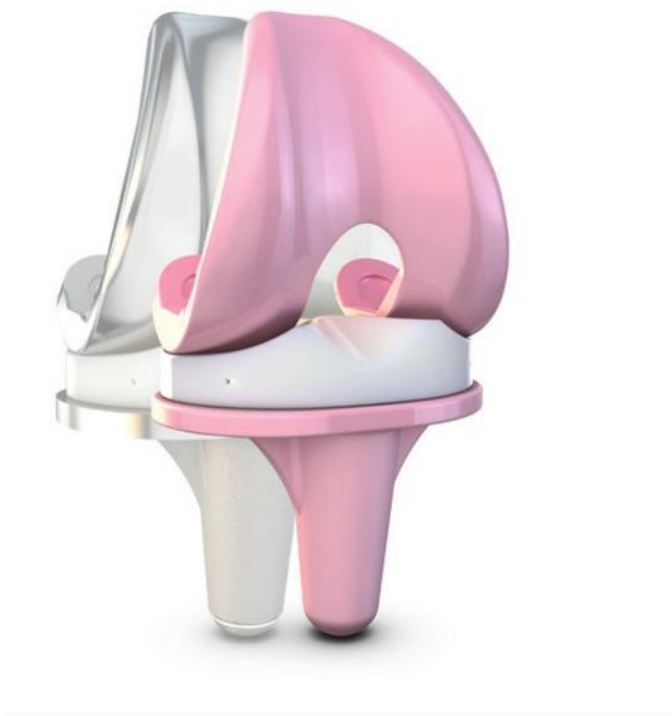


Abbildung 1: Knieendoprothese [7]

Die am meisten verbreitete und somit auch am besten erforschte Titan-Legierung ist Ti-6Al-4V. Traditionell werden Titan-Legierungen als Knetlegierungen

verwendet, da das Gießen aufgrund der hohen Affinität von Titan zu Sauerstoff und weiteren Elementen wie Stickstoff und Wasserstoff eine Herausforderung darstellt. Das Gießen ist allerdings nicht grundsätzlich unmöglich. In der vorliegenden Arbeit wurde die für Prothesen zugelassene Titan-Legierung Ti-6Al-4V auf ihre Eignung als schleudergegossenes Prothesenmaterial untersucht. Vorteil des Gießens von Prothesen ist, dass schon durch den Urformprozess eine möglichst genaue Endform entsteht, sodass nur noch wenige Nachbearbeitungsschritte notwendig sind.

3 Grundlagen

3.1 Titan

Titan und seine Legierungen gehören zu den Leichtmetallen. Zu dieser Gruppe gehören all diejenigen Metalle mit einer Dichte unterhalb von $5,0 \text{ g/cm}^3$. Titan ist mit einer Dichte von $4,5 \text{ g/cm}^3$ somit das schwerste der Leichtmetalle. Weitere Metalle, die in diese Gruppe gehören, sind Lithium, Magnesium und Aluminium. Titan als Reinmetall weist eine Polymorphie auf und kann in unterschiedlichen Reinheitsgraden auftreten. Diese sind abhängig vom interstitiell gelösten Sauerstoff und anderen Verunreinigungen wie z.B. Fe und C. Je reiner das Titan ist, umso weicher ist es und umso niedriger ist der β -Transus. Dieser beschreibt den Übergang vom hexagonalen (hex) α -Ti zum kubisch raumzentrierten (krz) β -Ti. Bei Reinst-Titan (99,98 % Ti) liegt der β -Transus bei $T_\beta = 882 \text{ °C}$. Technisch interessant sind neben Rein-Titan vor allem Titan-Legierungen. Hierbei wird nach auftretenden Gefügebestandteilen in α -Legierungen, near- α -Legierungen, $\alpha+\beta$ -Legierungen und metastabile β -Legierungen unterteilt. $\alpha+\beta$ -Legierungen vereinen in sich die guten Kriech- und Zeitstandsfestigkeiten der α -Legierungen und die hohen Zugfestigkeiten der β -Legierungen. Die Duktilität dieser Legierungen ist im Allgemeinen besser als die der α -Legierungen, aber schlechter als die der β -Legierungen. Dies ist auf die Gitterstruktur zurückzuführen. Dem hexagonalen α -Ti stehen nur drei Gleitsysteme zur Verfügung, wobei dem kubisch raumzentrierten β -Ti 12 Gleitsysteme zur Verfügung stehen. Im α -Ti können Versetzungen über die Basal (0001)- und die Prismenebenen ($10\bar{1}0$) gleiten (siehe Abbildung 2). Das mögliche Gleiten der Versetzung über die Pyramidalebenen ($\bar{1}011$) wird nicht mitgerechnet, da sich diese Gleitebene aus den beiden anderen Gleitebenen zusammensetzt. Hieraus ergibt sich eine starke Richtungsabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften. Für Belastungen senkrecht zur Basalebene beträgt der E-Modul 145 GPa, er sinkt aber bei Belastungen parallel zur Basalebene auf 100 GPa. Im krz-Gitter kommt es zu keiner Anisotropie der mechanischen Eigenschaften, da die dichtest gepackten Ebenen in dieser Struktur die Gleitebenen (110) sind. [8, pp. 1-37]

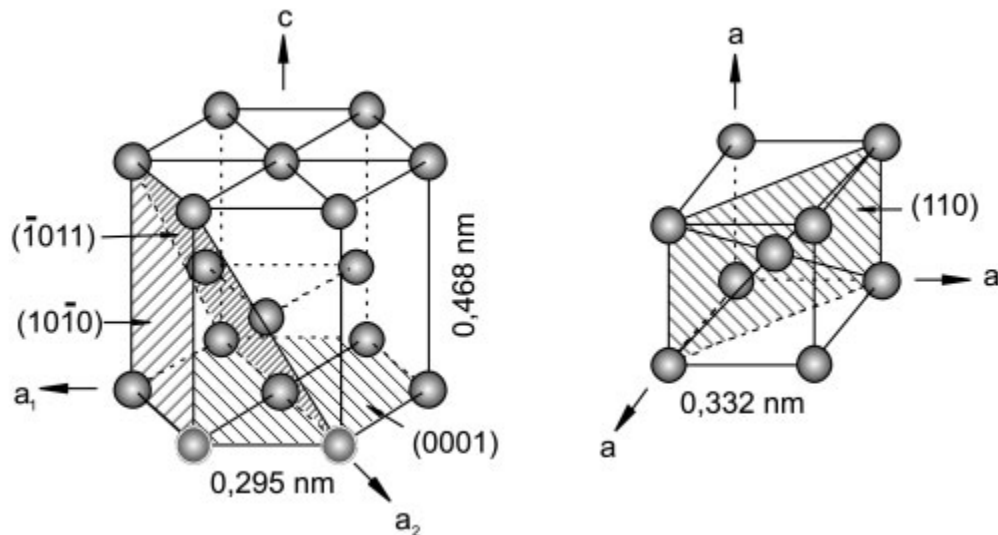


Abbildung 2: Gleitsysteme im hex α -Ti (links) und krz β -Ti (rechts) [8, p. 6]

3.1.1 Ti-6Al-4V

Ti-6Al-4V ist durch seine vielfältige Einsatzfähigkeit in Medizintechnik, Luft- und Raumfahrt und weiteren Industriebereichen die am besten erforschte und am häufigsten verwendete Titan-Legierung. Ti-6Al-4V weist mit den Legierungsanteilen von 6% Aluminium und 4% Vanadium ein $\alpha+\beta$ Gefüge auf. Aluminium ist ein α -stabilisierendes Element, wohingegen Vanadium die β -Phase stabilisiert. Der β -Transus steigt durch die Wirkung von Vanadium im Vergleich zum Reinst-Titan von 882°C auf 995°C . Der β -Transus spielt bei Wärmebehandlung eine wichtige Rolle, da durch unterschiedliche Glüh- und Umformbehandlungen verschiedene Gefüge eingestellt werden können. Die α - und β -Phasen können sich lamellar, globular oder bimodal (duplex) zueinander anordnen. Durch Abkühlen aus dem β -Gebiet kann beispielsweise ein lamellares Gefüge gebildet werden. Zuerst bilden sich α -Keime an den Korngrenzen und bedecken diese vollständig. Diese α -Keime wachsen als Lamelle in das β -Korn hinein, bis sie auf eine andere α -Lamelle stoßen. Parallel angeordnete Lamellen besitzen den gleichen Burgersvektor und werden als α -Kolonie bezeichnet. [8, pp. 1-37] [9, pp. 32-33] Der Burgersvektor ist der Vektor, um den sich die Kristallteile gegeneinander verschieben, wenn sich eine Versetzung bewegt [10, p. 74]. Zwischen den α -Lamellen liegt β vor. Diese werden oft auch als Lamellen bezeichnet, obwohl sich die α -Lamellen in einer β -Matrix befinden. Die Abkühlrate bestimmt die

Lamellenbreite. Je langsamer abgekühlt wird, umso gröber wird das Gefüge. Aufgrund der Polymorphie des Titans ist die Abkühlrate zu beachten. Bei sehr hohen Abkühlraten kann es zu einer martensitischen Umwandlung kommen. Anders als bei Stahl führt der Martensit bei Titan zu keiner signifikanten Härtesteigerung, da es zu keiner ausgeprägten Gitterverspannung kommt. Die Martensit-Starttemperatur kann innerhalb einer Legierung variieren und ist von dem Ausgangsgefüge und dessen Homogenität abhängig. Ein globulares Gefüge kann geschaffen werden, indem das Bauteil stark verformt und anschließend bei niedrigen Temperaturen rekristallisiert wird. Das Rekristallisationsglühen muss im Zweiphasengebiet, also unterhalb des β -Transus durchgeführt werden. Über die Dauer des Rekristallisationsglühens kann die Korngröße eingestellt werden, über die Temperatur der Anteil der primären α -Phase. Wird das Lösungsglühen für die Rekristallisation dicht unterhalb des β -Transus durchgeführt, so bildet sich ein duplex Gefüge aus. [8, pp. 1-37] [9, pp. 32-33]

Sowohl in der α -Phase als auch in der β -Phase des Ti-6Al-4V können sich durch ein Ausscheidungsglühen Phasen bilden, die zu einer Härtung der Legierung führen. In der α -Phase bilden sich hexagonale Ti_3Al -Partikel, welche als α_2 bezeichnet werden. [9]

3.1.2 Titan als Biomaterial

Neben Reintitan ist die Titan-Legierung Ti-6Al-4V der in der Medizintechnik am meist verwendete Titanwerkstoff. Dieser wird hauptsächlich als Stützwerkstoff bei Knochenbrüchen und in der Endoprothetik für Knie-, Hüft- und Zahnimplantate verwendet [11, p. 15]. Aufgrund des Kontaktes des Werkstoffes mit dem umgebenden Gewebe muss eine Biokompatibilität des Werkstoffes vorliegen. Biokompatibilität beschreibt die *„Fähigkeit eines Medizinprodukts oder Materials, mit einer angemessenen Host-Reaktion Leistung in einer spezifischen Anwendung zu erbringen“* [12]. Dies beinhaltet eine Oberflächen- und Strukturkompatibilität sowie eine Anpassung der Implantatoberfläche und Implantatstruktur an das biologische System. [6, pp. 59-60] Weitere Eigenschaften, die ein Implantat erfüllen muss, sind mechanische Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit. Bei der

mechanischen Festigkeit ist zu beachten, dass die Implantatsteifigkeit möglichst ähnlich zu der des Knochens sein soll, um ein mögliches Stress-shielding zu vermeiden. Durch Stress-shielding kommt es zu einem Abbau des umliegenden Gewebes aufgrund von mechanischer Abschirmung des Knochens durch das Implantat. [6, p. 185] Der E-Modul von Knochen liegt mit 10 – 20 GPa im Vergleich zu dem von Ti-6Al-4V (105 GPa) sehr viel niedriger, jedoch ist der Unterschied sehr viel geringer als z.B. zu einer Stahl-Legierung (210 GPa). Durch das Anpassen der E-Module von Knochen und Implantatwerkstoff können Lasten besser übertragen werden und letztendlich die Knochenneubildung stimuliert werden. [8, pp. 439-440]

Die Korrosionsbeständigkeit eines Werkstoffs ist Voraussetzung dafür, dass es zu keiner Implantatschädigung durch korrosiven Angriff im Körper kommt. Weiterhin ist zu beachten, dass Produkte, welche bei einer Korrosionsreaktion entstehen, toxisch sein und zu einer Nekrose führen können. [6, pp. 185-ff], [11, pp. 139-140] [8, pp. 431-ff] Der Werkstoff einer Endoprothese fördert im günstigsten Fall eine Bioadhäsion. Die Bioadhäsion beschreibt eine Gewebeneubildung im engen Kontakt mit der Oberfläche des Implantats. Je besser der Kontakt zwischen neuem Knochen und der Oberfläche der Endoprothese ist, desto geringer ist die Gefahr einer Lockerung der Prothese und desto besser können aufgenommene Kräfte an das umliegende Gewebe übertragen werden. Dies führt auch zu einem geringen Stress-shielding. Die Zelladhäsion, also die Anhaftung der Zellen an dem Implantat, ist stark von der Implantatoberfläche abhängig. Bei Ti-6Al-4V kommt es erst bei einer Oberflächenrauigkeit von mehr als 22 µm zu einer Zelladhäsion, bei steigender Rauigkeit steigt die Adhäsion. [8, pp. 436-439]

3.1.3 Schleudergegossenes Ti-6Al-4V

Das Gießen gehört zu den Urformverfahren. Beim Urformen wird aus formlosen Stoffen ein fester Körper mit bestimmten Materialeigenschaften hergestellt. [13, p. 11] Titan-Legierungen sind im Allgemeinen für eine bestimmte Anwendung entwickelt worden und nicht hinsichtlich ihrer Verarbeitung. Grundsätzlich sind die meisten Titan-Legierungen Schmiede- und Knetlegierungen, da sie aufgrund ihrer

hohen Affinität zu Sauerstoff und Stickstoff nur unter bestimmten Bedingungen zu vergießen sind. Titan und Titan-Legierungen müssen entweder im Vakuum oder unter Schutzgas erschmolzen und vergossen werden. Zudem muss die Abkühlung auch unter den genannten Umgebungsbedingungen stattfinden, wenn sich keine α -Case Schicht bilden darf. Auch bei der Wahl des Formwerkstoffes müssen wichtige Parameter eingehalten werden, da Titan zum Beispiel mit keramischen Materialien reagieren und diese vollständig in sich lösen kann. Durch die geringe Nachspeisung von Titan, kann es zu Restlunkern in den thermischen Zentren kommen. Zur Beseitigung dieser Restlunker muss das Bauteil nach dem Erkalten durch Hot Isostatic Pressing (HIP) verdichtet werden. Dabei wird das Gussstück in einer Inertgasatmosphäre bei Temperatur knapp unterhalb des β -Transus und hohem Gasdruck gepresst, so dass Lunker und Poren zusammengepresst werden und durch Diffusionsvorgänge vollständig verschwinden. Durch dieses Verfahren können mechanische Festigkeitswerte vergleichbar mit denen von Schmiedeteilen erreicht werden. [8, pp. 275-279]

In der vorliegenden Arbeit wurden Ti-6Al-4V-Proben aus zwei unterschiedlichen Schleudergussverfahren untersucht. Auf diese Verfahren wird in den folgenden Kapiteln 3.1.3.1 und 3.1.3.2 näher eingegangen.

3.1.3.1 LINN-Verfahren

Das LINN-Verfahren ist nach der Vertikalgießanlage der Firma LINN Highterm benannt. Bei diesem Verfahren wird das zu gießende Material in einem Keramiktiegel (Yttriumoxid) platziert, welcher mit der keramischen Gießform (Formschale) (Abbildung 3) verbunden ist. Vor dem Gießen muss die Formschale vorgewärmt und der Aufbau mehrfach mit Schutzgas gespült werden. Anschließend wird eine Induktionsspule um den Schmelztiegel gelegt und die Legierung aufgeschmolzen. Sobald das Material die Gießtemperatur erreicht hat, wird die Induktionsspule entfernt, die Vakuumpumpe eingeschaltet und der Schleuderarm in Bewegung gesetzt. Die Gießtemperatur liegt oberhalb der Schmelztemperatur. Eine Überhitzung der Schmelze bewirkt, dass das zu vergießende Material länger flüssig bleibt und somit eine bessere Formfüllung

erreicht werden kann. Das Ausgleichsgewicht muss auf das Gießgewicht und die spezifische Geometrie abgestimmt werden. Durch die Zentrifugalkraft wird die Schmelze nach außen in die Gießform gedrückt. Der Schleuderarm erreicht dabei eine Drehzahl von $150 - 250 \text{ min}^{-1}$. Diese Drehzahl wird bis zum Ende der Erstarrung aufrechterhalten, um eine bestmögliche Formfüllung zu erreichen. [14], [15, pp. 53-55]

Anschließend wird das Gussstück langsam unter Vakuum abgekühlt, um die Bildung einer α -case Schicht zu vermeiden.

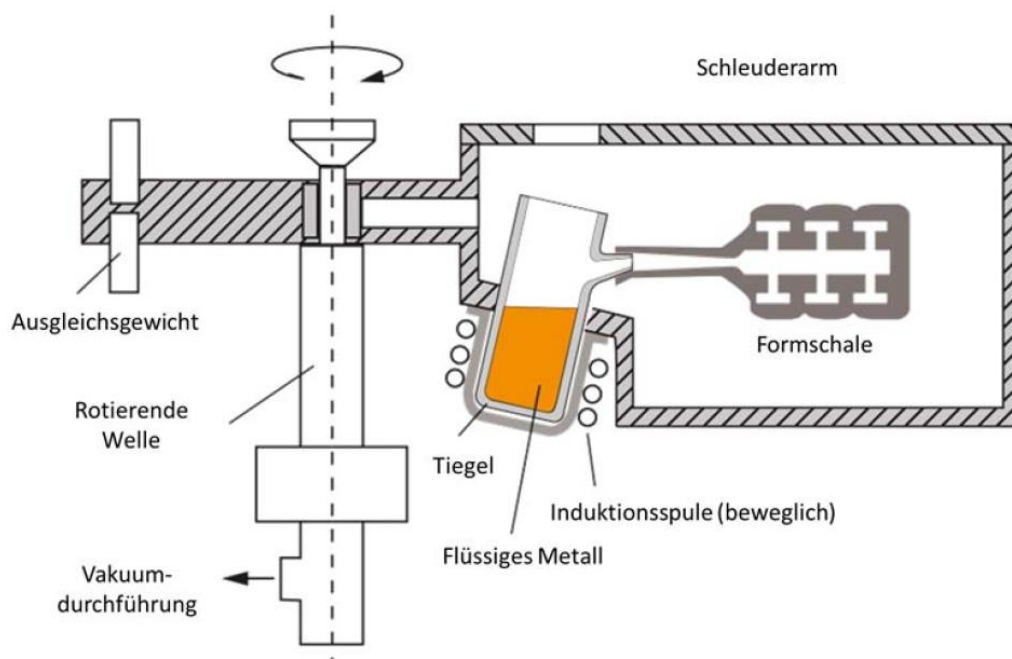


Abbildung 3: Prinzipskizze des LINN-Prozesses [15, p. 52]

3.1.3.2 Leicomelt-Verfahren

Das Gießverfahren nach Leicomelt wird in einem Vakuum-Induktionsschmelz- und Gießofen des Typs Leicomelt 5 TP der Firma ALD Vakuum Technologies durchgeführt (im Folgenden werden Proben aus diesem Verfahren Leicomelt genannt). Das Schleudergussverfahren nach Leicomelt basiert auf einem ähnlichen Prinzip wie das Verfahren nach LINN. Der Aufbau des Leicomelt-Verfahrens besteht aus zwei Kammern, welche durch ein Trennventil voneinander getrennt werden können (vgl. Abbildung 4). In der Schmelzkammer wird das zu gießende Material in

einem wassergekühlten Kupfertiegel aufgeschmolzen. Die Wasserkühlung ist wichtig, da die Schmelztemperatur des Kupfers unterhalb des Schmelzpunktes des zu gießenden Materials liegt. Das Schmelzgut wird mittels Wirbelströme, die über einen wechselstromdurchflossenen Induktor an der Außenseite des Tiegels eingebracht werden, erwärmt. Durch das ständige Kühlen des Kupfertiegels bildet sich an der Tiegelwand eine dünne erstarrte Schicht des bereits aufgeschmolzenen Materials. Diese Schicht wird Skull genannt. Durch diese erstarrte Schicht kann nur eine niedrige Überhitzung der Schmelze erreicht werden. Nach dem Erschmelzen wird das zu gießende Material über einen Trichter aus der Schmelzkammer in die Gießkammer überführt. Aus dem Trichter läuft die Schmelze in vorgewärmte Gießformen, welche sich auf einem rotierenden Drehteller (Drehzahl 200-250 min⁻¹) befinden. Durch die Zentrifugalkraft wird die Schmelze in die rotierenden Gießformen gedrückt. Durch die Anordnung der Gießform auf einem rotierenden Teller ist es möglich, mehrere Gießformen gleichzeitig zu füllen (s. Abbildung 4). [15, pp. 72 - 73]

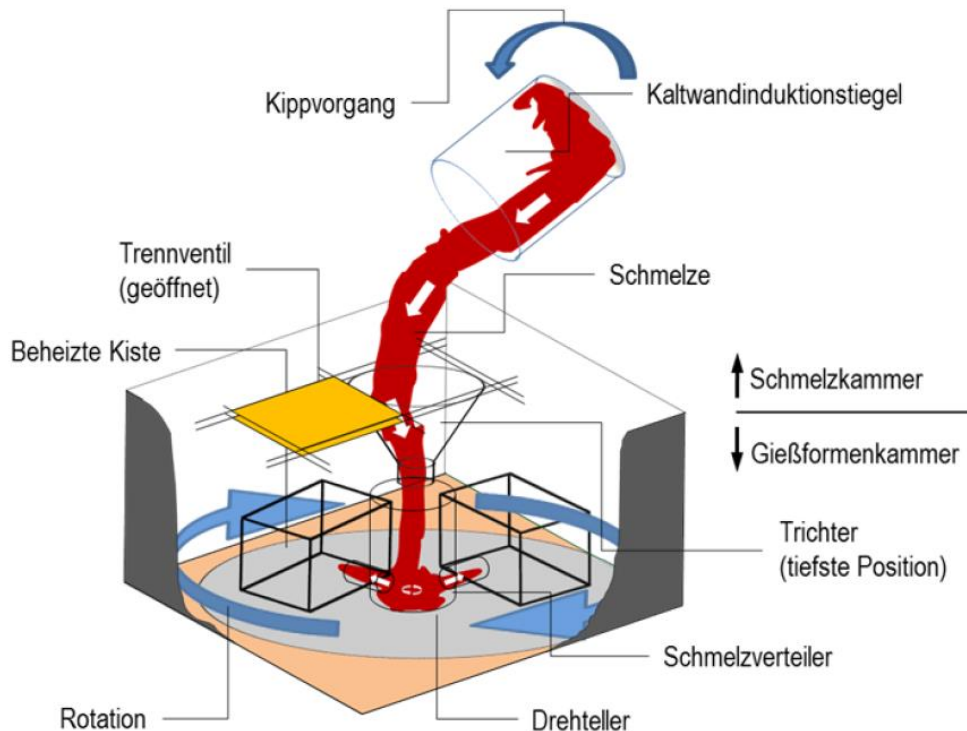
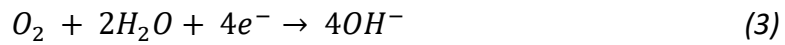


Abbildung 4: Prinzipskizze einer Leicomelt-Gießanlage [15, p. 73]

3.2 Korrosion

Im menschlichen Körper sind lebenswichtige Elemente vorhanden. Zu diesen Elementen gehören neben Kohlenstoff, Stickstoff, Sauerstoff und Wasserstoff auch metallische Stoffe wie Natrium, Magnesium, Kalzium und Kalium sowie nichtmetallische Elemente wie Schwefel, Phosphor und Chlor. Neben diesen lebenswichtigen Elementen enthält der menschliche Körper noch Spurenelemente. Bei all diesen im Menschen enthaltenen Stoffen ist die Konzentration von höchster Bedeutung. Liegt eine zu geringe Konzentration vor, kommt es zu einem Defizit, bei zu hoher Konzentration erst zu Toxizität und bei weiterer Steigerung der Konzentration zu Letalität. [16] Kommt ein Metall mit Körperflüssigkeiten in Kontakt, kann es zu einer Reaktion kommen. So eine Reaktion zwischen einem Material und seiner Umgebung wird als Korrosion bezeichnet. In DIN EN ISO 8044 ist die Korrosion als *„physikochemische Wechselwirkung zwischen einem metallenen Werkstoff und seiner Umgebung, die zu einer Veränderung der Eigenschaften des Metalls führt und die zu erheblichen Beeinträchtigungen der Funktion des Metalls, der Umgebung oder des technischen Systems, von dem diese einen Teil bilden, führen kann“* [17], definiert. Reaktionen zwischen der Oberfläche des Metalls und dem Umgebungsmedium sind oft elektrochemischer Natur [17]. Metalle haben in Abhängigkeit von ihrer Umgebung das Bestreben, einen Zustand mit minimaler Enthalpie zu erlangen. Dies führt zu einer Korrosionsreaktion. [18, p. 20] Da das in dieser Arbeit untersuchte Material Verwendung als Knieprothese finden soll, wird es in der späteren Anwendung mit Körperflüssigkeiten wie Blut und Lymphe in Kontakt kommen. Dadurch kann es zu einer elektrochemischen Reaktion zwischen dem Implantatwerkstoff und der Körperflüssigkeit kommen. Bei der elektrochemischen bzw. elektrolytischen Korrosion wird das System Metall-Lösung betrachtet [19, p. 2], wobei es an der Phasengrenze Metall-Lösung zu einer Potentialdifferenz kommt [20, p. 5]. Diese setzt sich aus mindestens zwei Teilreaktionen - anodische und kathodische Reaktion - zusammen. In der anodischen Reaktion (Gleichung (1)) wird das Metall aufgelöst, d.h. es oxidiert. In der kathodischen Reaktion kommt es durch Reduktion des Reaktionspartners zu einer Wasserstoffabscheidung (Gleichung (2)) oder zur Reduktion von Sauerstoff (Gleichung (3)).



Me steht hierbei für das an der Reaktion beteiligte Metall, n gibt die Wertigkeit des Ions an. [19, pp. 11 - 20] [20]

Die ablaufende Reaktion führt zu einer negativ geladenen Schicht auf der Metalloberfläche. Im Elektrolyten bildet sich durch die Freisetzung der Metallkationen nahe der Metalloberfläche eine positiv geladene Schicht. Auf den kathodischen Oberflächenbereichen erfolgt die Reduktion der Oxidationsmittel (z.B. O_2 oder H^+), dadurch kommt es zur Bildung örtlicher Potentialdifferenzen (vgl. Abbildung 6). [20, pp. 4-5]. Die Potentiale bewegen sich aufeinander zu. Es bildet sich ein gemeinsames Mischpotential. Die Summe der anodischen bzw. kathodischen Stromdichte ist Null (vgl. Abbildung 5). In solch einem Fall wird vom freien Korrosionspotential bzw. Ruhepotential U_R (engl. Open-circuit potential) gesprochen, welches sich ohne von außen aufgebrachtem Potential einstellt. [17]

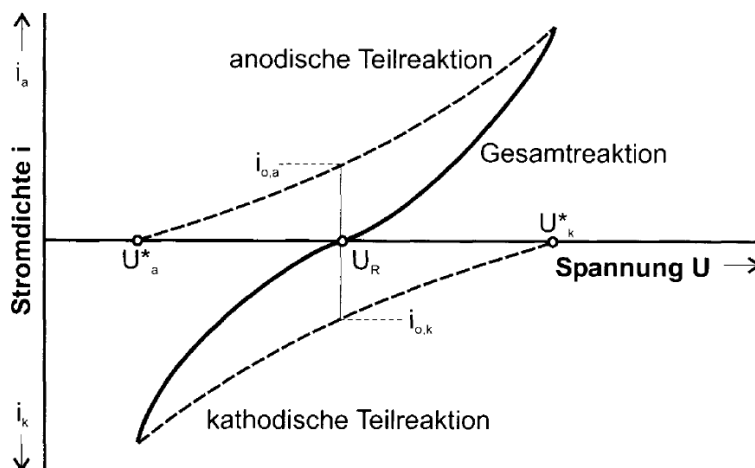


Abbildung 5: Schematische Stromdichte-Potential-Kurve als Überlagerung einer anodischen und einer kathodischen Teilreaktion. Die anodische Teilreaktion beschreibt die Metallauflösung, die kathodische Teilreaktion die Reduktion des Oxidationsmittels. Die durchgezogene Kurve spiegelt die Summenkurve der beiden Teilreaktionen wider. Bei U_R liegt das Ruhepotential. [21, p. 41]

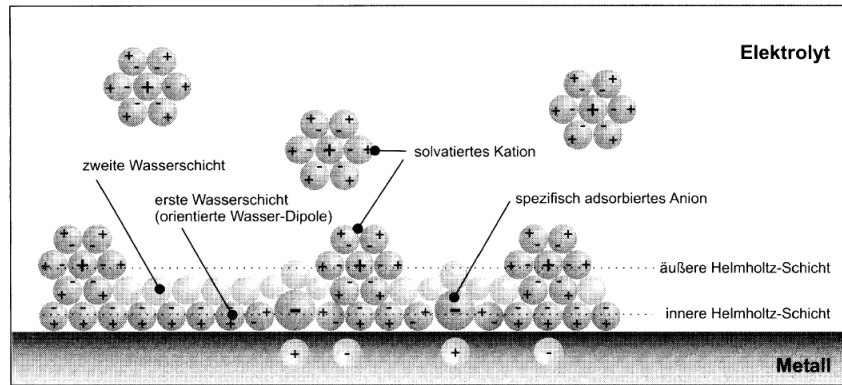


Abbildung 6: Modell einer elektrochemischen Doppelschicht an der Phasengrenze Metall-Lösung [21, p. 268].

Durch Anlegen einer äußeren Spannung, erzeugt durch eine Gleichstromquelle, wird das System aus dem Gleichgewicht gehoben und zu einer Reaktion gezwungen. Die erzwungene Potentialänderung kann positiv oder negativ sein und wird als Überspannung bezeichnet. Je weiter sich die Überspannung vom Ruhepotential entfernt, desto höher wird die anodische bzw. kathodische Stromdichte. Diese resultierenden Reaktionen können in Strom-Spannungs-Kurven aufgezeigt werden. Die gemessene Stromdichte beschreibt die Kinetik der Reaktionen, d.h. je höher der Stromfluss bei der Polarisierung, desto geringer ist der Widerstand gegen Reaktionen. Im Bereich sehr hoher Überspannungen werden Geraden konstruiert, die sich asymptotisch an die Teilstromkurven anschmiegen (Tafelgeraden). Der Betrag der Stromdichte wird logarithmisch über die Überspannungen aufgetragen (Abbildung 7). Aus diesem Tafeldiagramm können wichtige Werte abgelesen werden. Der Schnittpunkt der kathodischen und anodischen Tafelgeraden markiert die Austauschstromdichte beim Ruhepotential. Bei diesem Potential ist die Elektrode zwar nicht stromdurchflossen, allerdings findet ein Korrosionsprozess statt. [20, pp. 8-12] [21, pp. 39-60]

Befinden sich die anodische und die kathodische Reaktion nicht mehr im Gleichgewicht, gibt es auch kein Gleichgewichtspotential mehr. Die jetzt stromdurchflossene Elektrode wird als arbeitend bezeichnet. Die von außen angelegte Spannung wird Polarisierungsspannung genannt.

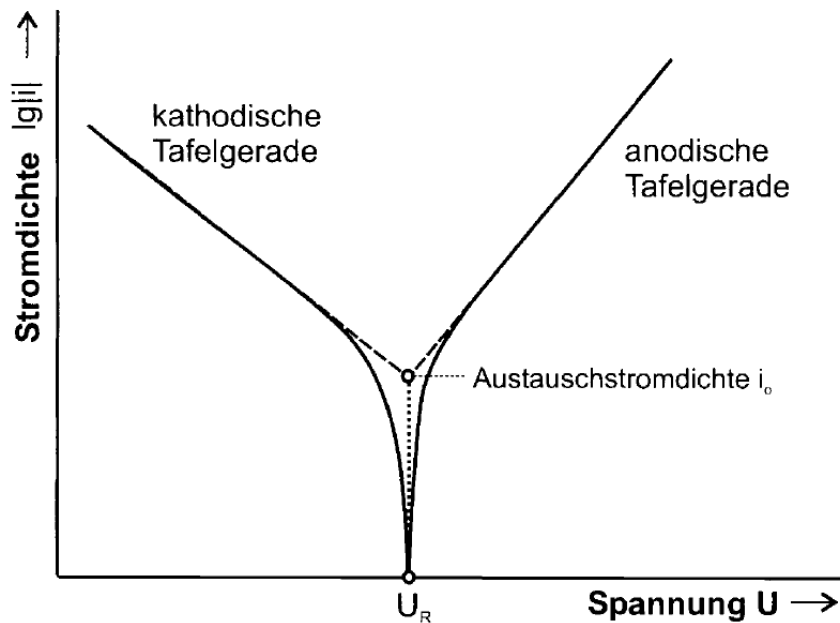


Abbildung 7: Schematische Darstellung der anodischen und kathodischen Tafelgeraden. [21, p. 42]

In Abbildung 8 ist ein Tafeldiagramm abgebildet, dessen schematischer Aufbau dabei dem aus Abbildung 7 für Einfeldelektroden sehr ähnlich ist. Allerdings wird am Schnittpunkt der extrapolierten Tafelgeraden die Korrosionsstromdichte $i_{\text{kor}}r$ und das Korrosionspotential $E_{\text{kor}}r$ (in Abbildung 8 E_{corr}) bestimmt. Korrosionsreaktionen finden nur statt, wenn neben der anodischen Reaktion, also der Auflösung des Metalls, eine kathodische Reaktion, also die Reduktion des Oxidationsmittels, stattfindet. [20, pp. 8-15] [21, pp. 39-60]

Nicht nur die Korrosionsstromdichte, sondern auch die Korrosionsrate, also der Abtrag des Metalls in mm auf ein Jahr bezogen, beschreibt den Widerstand gegen Korrosion. Die Korrosionsrate kann über das Faraday'sche Gesetz (4) berechnet werden [22, pp. 8-9]

$$\frac{\Delta s}{\Delta t} = 3268 \cdot \frac{i_{\text{kor}}r \cdot M}{z \cdot \rho} \quad (4)$$

wobei $\frac{\Delta s}{\Delta t}$ die Dickenabnahme der Fläche in mm/a ist, $i_{\text{kor}}r$ die Korrosionsstromdichte in A/cm², M die Mol Masse in g, ρ die Dichte in g/cm³ und z die Anzahl der an der anodischen Reaktion beteiligten Elektronen [22, p. 9].

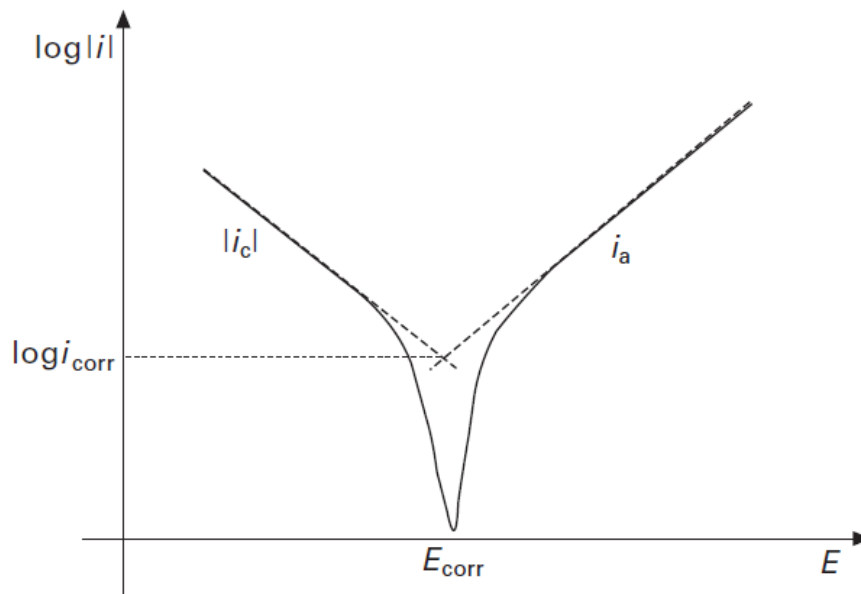


Abbildung 8: Tafel-Diagramm für eine Mischelektrode [20, p. 12]

Die Formel wurde in der ASTM Standard G 102-89 weiter verkürzt [23]:

$$CR = 3,27 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{i_{\text{kor}}}{\rho} \cdot EW \quad (5)$$

Die Korrosionsrate CR in mm/a ist von der Korrosionsstromdichte i_{kor} in $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, der Dichte ρ in g/cm^3 , dem Äquivalentgewicht EW und einem Faktor in $\text{mm} \cdot \text{g}/(\mu\text{A} \cdot \text{cm} \cdot \text{a})$ abhängig. [23]

Das Äquivalentgewicht ist in (6) definiert [23]:

$$EW = \frac{1}{\sum \frac{n_i f_i}{M_i}} \quad (6)$$

mit n_i Valenz der Legierungselemente, f_i Massenanteil der Legierungselemente und M_i Atomgewicht der Legierungselemente. [23] [24]

Die Reaktionsgeschwindigkeit ist maßgeblich von der Oberfläche des Metalls abhängig, bildet sich eine stabile Oberflächenschicht, so wird die Korrosion behindert. In Potential-pH-Diagrammen ist für Metalle zusammengefasst, wie diese bei einer bestimmten Spannung und pH-Wert mit ihrer Umgebung reagieren. Diese Diagramme werden Pourbaix-Diagramm genannt. [21, pp. 26-37] In Abbildung 9 ist auf der linken Seite ein Pourbaix-Diagramm für Titan in wässriger Lösung zu sehen, auf der rechten Seite eines für Aluminium in wässriger Lösung.

Bei dem Diagramm für Titan fällt auf, dass es für einen sehr großen pH-Wert-Bereich stabil ist. Es bilden sich bei niedrigen pH-Werten und bestimmten Potentialen Ti^{2+} -Ionen, ansonsten liegt Titan entweder als Reinmetall oder als stabile Oxidverbindung vor. Anders verhält sich Aluminium. Reinaluminium ist bei geringen Potentialen über den gesamten pH-Bereich stabil, allerdings löst sich Al mit steigendem Potential und einer Abweichung vom neutralen pH-Wert auf und es bilden sich Ionen. Bei erhöhtem Potential bildet sich bei neutralem pH-Wert eine stabile Oxidverbindung aus. Die Ausbildung einer stabilen Phase wird Passivierung genannt, da das Material ab diesem Punkt passiv ist und nicht oder nur sehr schlecht weiter reagieren kann. [20, pp. 6-8] [21, pp. 26-37] Die sich ausbildenden Passivschichten sind meist nur einige Nanometer dick. Das Passivverhalten einer Oberflächenschicht kann durch drei Parameter beschrieben werden: Die Passivierungsstromdichte i_{pas} und das Passivierungspotential U_p sind Maße für die Passivierungsfähigkeit eines Materials. Die Passivstromdichte i_{pp} ist ein Maß für die Effektivität der passiven Schutzschicht. [20, pp. 12-15]

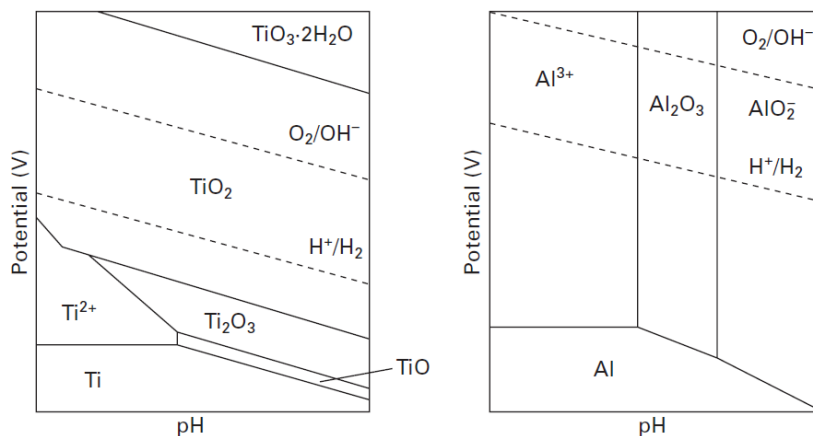


Abbildung 9: Schematische Pourbaix – Diagramme für die Systeme Ti/H_2O und Al/H_2O . Durchgezogene Linien geben Phasengrenzen an, zwischen den gestrichelten Linien ist Wasser stabil [20, p. 7]

In Abbildung 10 ist für ein passivierbares Metall eine anodische Strom-Spannungskurve zu sehen. Bei der Passivierungsstromdichte i_{pas} (maximalen Stromdichte i_{max}) liegt das Passivierungspotential U_R vor. Wird das Potential von U_R nach rechts verschoben, so schließt sich der Passivbereich an. Über den gesamten Passivbereich liegt eine konstante Stromdichte, die Passivstromdichte i_{pp} , minimale Stromdichte i_{min} , vor. Unterhalb des Reaktivierungspotentials U_A wird die

Passivschicht zerstört und es kommt zu einer Depassivierung bzw. Reaktivierung des Materials. Dies tritt durch Verschieben des Potentials nach links auf. Am Ende des Passivbereichs ist das Transpassivierungspotential U_D zu finden. Steigt die Spannung über U_D so verliert das Material seine Passivität und es tritt der Transpassivbereich auf. Im Transpassivbereich ist der Werkstoff besonders anfällig für Lochkorrosion. [17] [25, pp. 421-429]

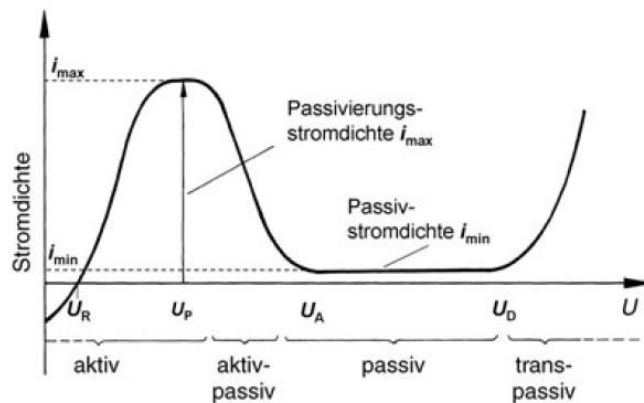


Abbildung 10: Aktiv-Passiv Übergang für ein anodisch polarisiertes Metall [25, p. 426]

3.3 Mechanische Prüfung

3.3.1 Zugversuch

Im Zugversuch wird eine Probe mit konstanter Geschwindigkeit verlängert. Bis zum Bruch werden die aufgebrachte Kraft F und die Verlängerung l der Probe gemessen. Um ein typisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm zu erhalten, müssen die Kraft in Spannung (σ) und die Verlängerung in Dehnung (ϵ) anhand der Formel (8) und (7) umgerechnet werden.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \left[\frac{N}{mm^2} \right] = [MPa] \quad (7)$$

$$\epsilon = \frac{l - l_0}{l_0} * 100\% = \frac{\Delta l}{l_0} * 100\% \quad (8)$$

mit S_0 der Anfangsquerschnittsfläche und l_0 der Anfangslänge der Probe.

Aus einem σ - ε -Diagramm können einige wichtige Werkstoffeigenschaften ermittelt werden. Zu Beginn zeigt die Kurve einen linearen Bereich. Dieser wird als Hookesche Gerade bezeichnet. Die Steigung entspricht dem E-Modul und kann über Formel (9) berechnet werden.

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} [GPa] \quad (9)$$

Im Bereich der Hookeschen Gerade weist das Material ein elastisches Verhalten auf, d.h. die Verformung des Materials ist in diesem Bereich reversibel. Sobald der Kurvenverlauf den linearen Bereich verlässt, kommt es zu plastischer Verformung. An dem Übergang von elastischer zu plastischer Verformung ist die Streckgrenze R_e bzw. eine Ersatzstreckgrenze, die Dehngrenze R_p , zu bestimmen. Die Dehngrenze ist immer dann zu ermitteln, wenn der Übergang von elastisch zu plastischer Dehnung nicht genau bestimmbar ist. Die Dehngrenze wird so definiert, dass nach Entfernen der aufgebrachten Kraft noch ein bestimmter Anteil plastische Verformung (Dehnung) zurückbleibt. Meist wird eine 0,2% - Dehngrenze verwendet, d.h. die Dehngrenze wird bei 0,2% bleibender Dehnung der ursprünglichen Messlänge l_0 bestimmt. Die Spannung in der Probe steigt weiter, bis ein Maximum, die sogenannte Zugfestigkeit R_m , erreicht wird. R_m ist wie folgt definiert:

$$R_m = \frac{F_{max}}{S_0} [MPa] \quad (10)$$

Die Verlängerung der Probe ist bis zur Zugfestigkeit gleichmäßig, d.h. die Querschnittsänderung ist über die gesamte Messlänge gleich. Beim Überschreiten der Zugfestigkeit kommt es an der schwächsten Stelle der Probe zu einer Einschnürung. An dieser Stelle verjüngt sich der Querschnitt der Probe immer weiter, bis sie letztendlich bricht. Bei Bruch kann die Bruchdehnung A über das Verhältnis der plastischen Längenänderung Δl zu l_0 bestimmt werden, vgl. Formel (11) mit l_u der Länge nach Bruch (plastische Verlängerung).

$$A = \frac{l_u - l_0}{l_0} * 100\% \quad (11)$$

3.3.2 Härteprüfung

Die Härte ist definiert als der Widerstand eines Materials gegen das Eindringen eines anderen Materials [26]. Es gibt einige gängige Prüfverfahren, in dieser Arbeit wurde mit dem Prüfverfahren nach Vickers gearbeitet. Dieses Prüfverfahren ist in DIN EN ISO 6507-1 genormt. Es wird eine vierseitige Diamantpyramide mit einem Flächenwinkel α von 136° als Eindringkörper verwendet. Dieser Eindringkörper wird mit einer konstanten Kraft für eine bestimmte Zeit auf die Probe gedrückt. Nach der Prüfung bleibt ein Eindruck in der Oberfläche des Prüfstücks zurück. Die Härte wird über das Verhältnis Prüfkraft zu Oberfläche des Eindrucks bestimmt werden (siehe Formel (12) und (13), vgl. Abbildung 13).

$$HV = \frac{1}{9,80665} * \frac{2F \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} \quad (12)$$

$$HV = 0,1891 * \frac{F}{d^2} \quad (13)$$

Mit Kraft F in N und d^2 in mm^2 (vgl. (14))

$$d^2 = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (14)$$

Je nach aufgebrachter Prüfkraft wird die Härteprüfung nach Vickers unterschiedlich benannt, dies ist in Tabelle 1 aufgezeigt.

Tabelle 1: Unterteilung der Härteprüfung nach Vickers anhand der Prüfkraft [27]

Bereiche der Prüfkraft F [N]	Härtesymbol	Benennung
$F \geq 49,03$	$\geq HV 5$	Härteprüfung nach Vickers
$1,961 \leq F < 49,03$	HV 0,2 bis $< HV 5$	Härteprüfung nach Vickers im Kleinkraftbereich
$0,009807 \leq F < 1,961$	HV 0,001 bis $< HV 0,2$	Vickers-Mikrohärteprüfung

Für die Härteprüfung nach Vickers muss die Oberfläche eine hohe Güte aufweisen. Die Oberfläche muss glatt und eben sein, zudem muss sie frei von Fremdkörpern,

Zunder und Schmierstoffen sein, da nur eine hohe Oberflächengüte eine exakte Messung der Eindrucksdiagonalen gestattet. [27]

3.3.3 Umlaufbiegeprüfung

Laut DIN 50113 [28] ist eine Umlaufbiegeprüfung ein Versuch, bei dem gleichartige Rundproben durch ein konstantes Biegemoment umlaufend beansprucht werden. Dadurch ändert sich während eines Umlaufs an jeder Stelle der Probe die Belastung sinusförmig. Durch die Umlaufbiegeprüfung kann geprüft werden, wie eine Probe auf zyklische Belastung bei einer bestimmten Spannungsamplitude reagiert. Die Ergebnisse werden in Wöhlerkurven festgehalten. In Wöhlerkurven ist die Spannungsamplitude über die Lebensdauer aufgetragen. Für das schleudergegossene Ti-6Al-4V soll untersucht werden, wie die Dauerfestigkeit des Materials anhand von Oberflächenbeschaffenheit und Umgebungsmedium beeinflusst wird. Die Oberflächenbeschaffenheit ist wichtig, da die knochenzugewandte Seite des Implantats durch Kugelstrahlen angeraut, aber nicht verfestigt werden soll. Das Anrauen der Oberfläche soll das Interface zwischen Implantat und Knochen verbessern und eine stärkere Verbindung zwischen Implantatmaterial und Körper fördern. Die Gleitflächen der Prothese hingegen sind blank poliert, um die Reibung zwischen den Reibpartnern möglichst gering zu halten.

3.4 Oberflächenbehandlung

3.4.1 Elektropolieren

Elektropolieren (EP) beschreibt eine anodische Behandlung, bei der mit Hilfe einer geeigneten Lösung die Glätte der Oberfläche verbessert wird. [29] Beim Elektropolieren nimmt die Mikrorauigkeit durch Abtragen der Rauigkeitsspitzen ab. Durch das Elektropolieren können Oberflächenfehler freigelegt werden. Anders als beim mechanischen Polieren werden keine Spannungen in die Oberfläche eingebracht, da das Polieren chemisch und nicht mechanisch abläuft.

3.4.2 Kugelstrahlen

Das Kugelstrahlen (engl. Shot peening, SP) beschreibt eine mechanische Oberflächenbehandlung, welche die mechanischen Eigenschaften eines Metalls unter zyklischer Belastung, Verschleiß und Korrosion verbessern kann. Beim Kugelstrahlen werden mittels Druckluft oder durch Schleuderradanlagen Teilchen auf die Oberfläche beschleunigt. Hat ein beschleunigtes Teilchen eine ausreichend hohe kinetische Energie, so verformt sich die Oberfläche. Somit können durch das Kugelstrahlen die Oberflächentextur und die Oberflächentopografie beeinflusst werden, genauso wie die Oberflächenhärte. Weiterhin kann es durch das Verformen der Oberfläche zu Versetzungen in den oberflächennahen Bereichen kommen. Dadurch können Druckeigenspannungen in das Material eingebracht werden. Es gibt mehrere Kennwerte, welche das Ergebnis des Kugelstrahlens beeinflussen. Die Art, Form, Größe und Härte der Teilchen genauso wie deren Geschwindigkeit lenken das Strahlergebnis. Die Strahldauer bestimmt den Überdeckungsgrad, welcher als durch Strahlmitteleinschläge verformter Oberflächenteil bezogen auf die Gesamtoberfläche in % definiert ist. Ein weiterer bestimmender Faktor ist die Strahlintensität. Diese wird auf empirischem Wege mittels Messung der Almenintensität bestimmt. Hierzu werden sog. Almen-Streifen gestrahlt und deren Durchbiegung gemessen. Ändert sich nach Verdopplung der Strahldauer die Durchbiegung des Almen-Streifens um weniger als 10%, so ist die Strahldauer für einen 98% - Überdeckungsgrad erreicht. [30] [25, pp. 481-485] [31] In der Medizintechnik spielt die Oberflächenbeschaffenheit wie in Kapitel 3.1.2 beschrieben für die Zelladhäsion eine wichtige Rolle. Aus diesem Grund werden metallische Implantate vorwiegend kugelgestrahlt, eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften ist zweitrangig.

4 Versuchsmaterial

Als Versuchsmaterial wurde Ti-6Al-4V verwendet, welches bei der Firma Access e.V. mittels zweier Schleudergussverfahren (vgl. Kapitel 3.1.3.1 und 3.1.3.2) in Gussstäbe gegossen und anschließend mit HIP verdichtet wurde. Der HIP-Prozess wurde laut Access e.V. mit den in Tabelle 2 aufgeführten Parametern durchgeführt.

Tabelle 2: Parameter für den HIP-Prozess

Temperatur [°C]	915 ± 10
Druck [bar]	1000 - 0/+ 50
Haltezeit [min]	120 – 0/+ 30

Die gegossenen und gehippten Gussstäbe (Abbildung 11) werden im Folgenden als Lieferzustand bzw. as-received bezeichnet. An den as-received Proben wurden Versuche wie in Kapitel 5 beschrieben durchgeführt. Bei den wärmebehandelten Proben wurden nach der Wärmebehandlung die Versuchsproben aus den Gussstäben gefertigt. In Abbildung 11 ist ein Gussstab abgebildet, welcher an der rechten Stirnseite den Anguss aufweist.

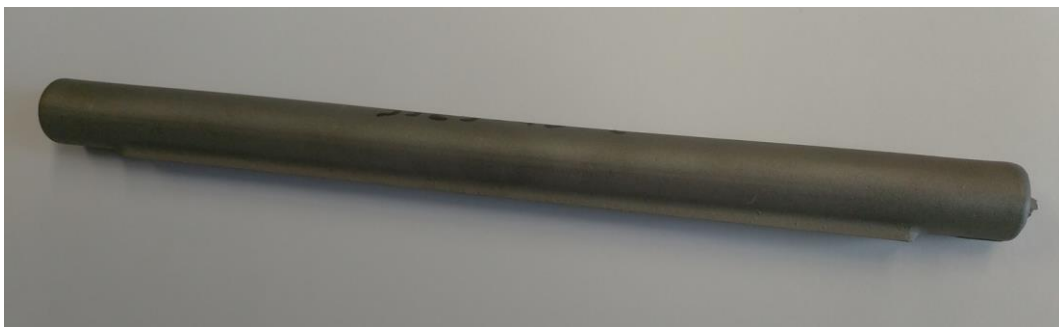


Abbildung 11: Gussstab im Lieferzustand

Es wurden mehrere Gussstäbe gleichzeitig in einem Abguss erstellt, da für den Abguss eine Gießtraube verwendet wurde. Ein Wachsmodell einer Gießtraube ist in Abbildung 12 dargestellt.



Abbildung 12: Wachsmoell für die Gussstäbe der Firma Access e.V.

5 Versuchsaufbau und –durchführung

5.1 Wärmebehandlung

Wie in den Grundlagen beschrieben kann die Mikrostruktur und damit die mechanischen Eigenschaften durch Wärmebehandlungen verändert werden. Da vor allem das Gussgefüge untersucht werden sollte, wurde das Material nur mit einer Kombination aus Homogenisieren (β -Glühen) und/oder Auslagern behandelt. Es wurden unterschiedliche Abkühl- und Abschreckmedien verwendet, um die von der Norm ASTM F1108-04 geforderten mechanischen Eigenschaften zu erreichen [1]. Diese Norm spezifiziert die Eigenschaften von gegossenem Ti-6Al-4V für den Einsatz als chirurgischen Implantatswerkstoff. Die unterschiedlich durchgeführten Wärmebehandlungen sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 3: Übersicht über die durchgeführten Wärmebehandlungen

WB-Nr.	Temperatur [°C]/ Dauer [h]/ Abkühlmedium	β -Glühen [h]/ Abkühlmedium	Auslagerungstemperatur [°C]/ Dauer [h]/ Abkühlmedium	Atmosphäre beim Glühen
1	1050 / 1 / Luft	---	---	Normal
2	1050 / 1 / Luft	---	850 / 2 / Luft	Normal
3	1050 / 1 / Luft	---	500 / 24 / Luft	Normal
4	---	---	500 / 2 / Luft	Normal
5	---	---	500 / 24 / Luft	Normal
6	---	---	600 / 2 / Luft	Normal
7	---	---	700 / 2 / Luft	Normal
8	---	---	800 / 2 / Luft	Normal
9	---	---	850 / 2 / Luft	Normal
10	---	---	850 / 2 / Argon	Vakuum
11	1050 / 1 / Argon	---	---	Vakuum
12	1050 / 1 / Argon	---	850 / 2 / Argon	Vakuum
13	1050 / 2 / Argon	---	850 / 1 / Argon	Vakuum

Die Wärmebehandlung der angelieferten Gussstäbe wurde in einem Röhrenofen der Firma Lenton durchgeführt. Als Umgebungsatmosphäre der Wärmebehandlungen wurden sowohl Normalatmosphäre (Luft) als auch Vakuum und Argon verwendet. Proben, die in Vakuum geglüht und anschließend in Argon abgekühlt wurden, befanden sich in einem abgeschlossenen Glaszylinder, welcher mittels einer Vakuumpumpe evakuiert worden war. Um auszuschließen, dass sich noch Restluft in der Vakuumkammer befindet, wurde nach dem Vakuumieren die Kammer mit Argon geflutet und dann wieder evakuiert. Dieser Vorgang wurde dreimal wiederholt. Nachdem das Vakuum zu $2 \cdot 10^{-5}$ mbar eingestellt worden war, wurde die Vakuumkammer in den vorgeheizten Röhrenofen geschoben und die Wärmebehandlung wie in Tabelle 3 beschrieben durchgeführt. Das Abkühlen der unter Vakuum geglühten Proben erfolgte in einer Argonatmosphäre, indem die Vakuumkammer aus dem Ofen gezogen und anschließend mit Argon geflutet wurde. Die Kombination aus Vakuum und Argon wurde verwendet, um die Bildung einer α -case Schicht an der Oberfläche des Materials zu verhindern. Die Abkühlung an Argon wurde des Weiteren durchgeführt, um möglichst ähnliche Abkühlraten wie bei der Luftabkühlung zu erreichen.

5.2 Metallographie

Die Untersuchung der Mikrostrukturen wurde anhand metallographischer Schliffe der Proben vorgenommen. Das Gussgefüge wurde sowohl in radialer als auch in axialer Richtung untersucht. Hierzu wurden die Proben für eine bessere Handhabung in einem Polymer eingebettet. Anschließend wurden die Proben unter Wasserkühlung geschliffen. Der Schleifprozess bestand aus mehreren Schritten, wobei die Körnung der Schleifscheiben immer feiner wurde. Die verwendeten Schleifpapiere hatten die Körnungen P180, P320, P800 und P1200. Nach dem Schleifen folgte das Polieren, welches zweistufig ausgeführt wurde. Beim ersten Schritt wurde eine Diamantsuspension von $3 \mu\text{m}$ ($F=15 \text{ N}$ und $t=10 \text{ min}$) verwendet, beim zweiten OP-S ($F=10 \text{ N}$ und $t=5 \text{ min}$) und anschließend für 25 s geätzt. Dafür wurde das Ätzmittel nach Kroll (10 mL Flusssäure (HF), 5 mL Salpetersäure (HNO_3) und 85 mL entionisiertes Wasser (H_2O)) verwendet. Nach

jedem Schritt wurden die Proben mit fließendem Wasser abgespült und in einem Ultraschallbad für 3 min mit Ethanol gereinigt.

Die Proben wurden nun mit Auflichtmikroskop der Firma Zeiss (Axioplan 2, Software AxioVision), Lupe der Firma Keyenes (VHX-500F) und Rasterelektronenmikroskop der Firma HITACHI (X-650) untersucht.

5.3 Zugversuch

5.3.1 Versuchsaufbau

Beim Zugversuch wurde eine genormte Zugprobe (DIN 50125 [32]) in eine Zerreißmaschine eingespannt und mit einer konstanten Abzugsgeschwindigkeit so lange gezogen, bis es zum Bruch kam. Dabei wurden die Kraft F und die Verlängerung der Probe kontinuierlich aufgezeichnet.

5.3.2 Versuchsdurchführung

Die Zugversuche wurden an einer Universalprüfmaschine der Firma Instron (Instron 5582) durchgeführt. Es wurden Rundproben mit Gewindeköpfen verwendet, die Probengeometrie entsprach der eines kurzen Proportionalstabs (siehe Form B in DIN 50125) [32]. Die Proben wurden mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit $v=1\text{ mm/min}$ bis zum Bruch belastet. Um auszuschließen, dass Anteile der Maschinenverformung mit aufgenommen werden, wurde die Verformung im elastischen Bereich mit einem Feindehnungsaufnehmer (Instron Genuine Product EX2620-603 Dynamic Extensometer) gemessen. Zu Beginn des Versuches wurde der Durchmesser der Zugprobe bestimmt. Über das Verhältnis Ausgangsdurchmesser d_0 zu Länge kann die Ausgangslänge l_0 bestimmt werden (vgl. Formel (15)).

$$l_0 = 5 * d_0 \quad (15)$$

Die Kraft und die Längenänderung wurden während des Versuchs kontinuierlich aufgezeichnet und vom Messprogramm anhand der eingegebenen Werte für l_0 und d_0 in Spannung und Dehnung umgerechnet.

Zu dem Lieferzustand und jedem Wärmebehandlungszustand der LEICOMELT-Proben wurden mindesten je 3 Proben geprüft. Bei den Proben aus dem LINN-Verfahren wurde nur der Lieferzustand analysiert.

5.4 Härteprüfung

5.4.1 Versuchsaufbau

Es wurde die Härteprüfung nach Vickers durchgeführt. Hierzu wurde eine vierseitige Diamantpyramide als Prüfkörper verwendet. Diese wird mit einer vorgegebenen Prüfkraft F in die Oberfläche der Probe gedrückt. Die Prüfkraft muss dabei senkrecht zur Oberfläche der Probe, stoß- und erschütterungsfrei innerhalb 2 – 7 s aufgebracht werden. Die Kraft muss nach Aufbringen 10 – 15 s gehalten werden. Anschließend wird der Eindringkörper entfernt und die Diagonalen des zurückbleibenden Eindrucks können gemessen werden (vgl. Abbildung 13). [27]

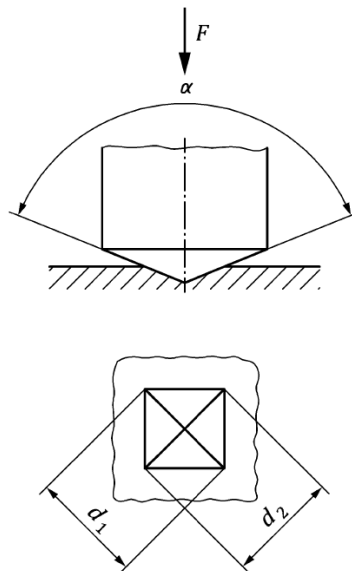


Abbildung 13: Prüfprinzip, Geometrie des Eindringkörpers und Eindrucks [27]

5.4.2 Versuchsdurchführung

Zunächst wurden die Oberflächen der zu untersuchenden Proben wie in Kapitel 5.2 geschliffen und poliert. Es wurde sowohl Härteprüfung in einem hohen Lastbereich (HV 20) als auch im Mikrohärtebereich (HV 0,1) durchgeführt.

5.4.2.1 Härteprüfung nach Vickers

Die Härteprüfung nach Vickers (HV20) wurde an den Lieferzuständen der LINN und Leicomelt-Proben durchgeführt, sowie an den wärmebehandelten Zuständen WB-Nr. 12 und 13 (s. Tabelle 3) der Leicomelt-Proben. Die Prüfkraft betrug 20 kp, was einer Gewichtskraft von 196,133 N entspricht. Die Prüfdauer wurde auf 12 s festgelegt. Nach den 12 s wurde die Probe entlastet und die Diagonalen des Eindrucks wurden vermessen und protokolliert. Pro Zustand des Materials wurden 3 Proben gemessen und je Probe wurden 3 Messungen aufgenommen.

5.4.2.2 Mikrohärteprüfung

Zusätzlich zu der Härteprüfung nach Vickers, bei der die Grundhärte des Bulk-Materials bestimmt wurde, wurde ein Mikrohärteverlauf vom Probenrand in das Innere bestimmt. Diese Härteprüfung wurde an kugelgestrahlten Proben aus dem LINN- und Leicomelt-Verfahren durchgeführt. Bei den LINN-Proben wurde das gestrahlte as-received Material analysiert, bei den Leicomelt-Proben wurden Härteverläufe des Lieferzustandes und der Wärmebehandlungen WB-Nr. 12 und WB-Nr. 13 mit gestrahlter Oberfläche getestet. Die Mikrohärte wurde mit einem automatischen Mikrohärteprüfer der Firma Struers gemessen. Für den Mikrohärteverlauf wurde ein Zickzack-Verlauf gewählt, d.h. die Härteeindrücke verliefen versetzt zueinander. Wie in Abbildung 14 dargestellt, waren die Härteeindrücke von einer gemeinsamen Achse versetzt. Der Abstand d zwischen den Eindrücken auf einer Seite der Zickzack-Linie betrug 0,1 mm, der Abstand b zwischen zwei versetzt zueinander liegenden Eindrücken betrug 0,05 mm. Der Abstand z zwischen den Eindrucksreihen betrug 0,1 mm. Mit Hilfe dieser Zickzack-Reihe wurde 5 mm in das Probeninnere gemessen. Die Prüfkraft wurde zu 0,1 kp festgelegt, was 0,981 N entspricht.

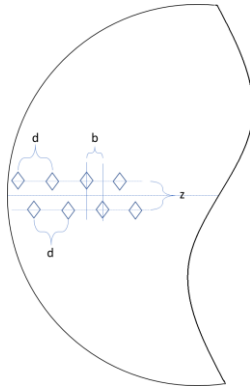


Abbildung 14: Schematischer Verlauf der Mikrohärteeindrücke

5.5 Korrosionsversuche

5.5.1 Versuchsaufbau

In Anlehnung an die Normen ISO 16428 [33] und ISO 16429 [34] wurde ein Drei-Elektroden-Aufbau verwendet. Die zu untersuchende Probe ist die Arbeitselektrode, hinzu kommen eine Hilfselektrode (Gegenelektrode) und eine Referenzelektrode. Die Arbeitselektrode und die Hilfselektrode (eine Platinelektrode) befinden sich in einem temperierten Elektrolyten, die Referenzelektrode (eine Saturated Calomel Electrode (SCE)) ist über eine Salzbrücke mit der Arbeitselektrode verbunden, ist selbst aber in einer gesättigten KCl-Lösung.

5.5.2 Versuchsdurchführung

Die Korrosionsversuche wurden bei Elektrolyttemperaturen von $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ und $40\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ durchgeführt. Als Elektrolyt wurde eine 0,9m% NaCl-Lösung verwendet, wobei jeweils der pH-Wert variiert wurde, um dessen Einfluss auf das Korrosionspotential zu messen. Es wurden drei verschiedene pH-Werte verwendet: pH 7, pH 6, pH 5.

Zu Beginn stellte sich das Open-Circuit-Potential (Durchgangspotential bzw. freies Korrosionspotential) beim Kontakt des Ti-6Al-4V mit dem Elektrolyten ein. Dieses Potential beschreibt die elektrochemischen Reaktionen an der Phasengrenze zwischen Probenoberfläche und Elektrolyten. Sobald sich ein Gleichgewicht zwischen Oberfläche und Elektrolyt eingestellt hat, wird der Potentialverlauf

stabiler. Die Dauer, bis sich dieses Gleichgewicht einstellt, ist von mehreren Faktoren abhängig, wie zum Beispiel der Oberflächenbeschaffenheit, der Passivierungseigenschaften des Materials und der Ionenkonzentration im Elektrolyten. Wenn sich das freie Korrosionspotential eingestellt hat, kann der potentiodynamische Test gestartet werden [33].

Das Korrosionspotential wurde im potentiodynamischen Test ermittelt. Hierfür wurde mit Hilfe eines Potentiostaten ein Gleichstrom angelegt. Es wurde in einem Bereich von -1,5 V bis +1,5 V gemessen, wobei die Spannung schrittweise erhöht wurde. Die Schrittgröße betrug 1 mV/s. Gemessen wurden das resultierende Potential und die Stromdichte bezogen auf die Fläche der Arbeitselektrode (Probenmaterial).

5.6 Kugelstrahlen

Da das Material in der Anwendung als Knieimplantat eine knocheninduktive Wirkung zeigen soll, muss die knochenzugewandte Seite des fertigen Implantats angeraut werden. Das hier durchgeführte Strahlen soll in erster Linie keine Wirkung auf die mechanischen Eigenschaften haben, sondern eine optimale Rauigkeit für Zelladhäsion bieten.

5.6.1 Versuchsaufbau

In einer angeschlossenen Prüfkammer wird das Strahlgut mit einem definierten Druck auf eine Probenoberfläche beschleunigt. Einzustellende Parameter sind der Strahldruck, die Strahlzeit und der Abstand zwischen Probe und Strahldüse.

5.6.2 Versuchsdurchführung

Als Strahlmittel wurde Edelmetall, ein Aluminiumoxid, verwendet. Der gewählte Strahldruck von 2,3 bar wurde anhand von Erfahrungswerten von Peter Brehm GmbH gewählt. Der Abstand zwischen Düse und Probe wurde auf 10 cm festgelegt. Zu Beginn muss die Almenintensität bestimmt werden, diese ist definiert als die

Bogenhöhe eines Almen-Prüfstreifens, gemessen bei einem Strahlmittel-Bedeckungsgrad von 98% mit einer Almen-Messuhr [31]. Gemessen wurde die Almenintensität mit Hilfe von Almen-Prüfstreifen des Typs „A“. Es wurden 3 vollständige Strahllinien mit jeweils 4 Messpunkten aufgenommen. Bei diesem Messverfahren wird die Strahlzeit immer verdoppelt, bis sich die Bogenhöhe nicht mehr als 10 % verändert. Diese Bogenhöhe beschreibt die Almenintensität und die Strahlzeit kann festgelegt werden. Die Almenintensität wird dazu benutzt, um die gleichen Versuchsbedingungen zu erreichen, auch wenn die Anlage gewechselt wird.

Die Almenintensität wurde zu 0,094 mmA bestimmt, die Strahlzeit betrug 20 s. Diese Proben rotierten mit Hilfe eines Motors, sodass die Oberfläche der Rundprobe gleichmäßig bestrahlt wurde. Die Umdrehungsgeschwindigkeit betrug 15 min^{-1} . Es wurden 12 LINN-Proben im Lieferzustand gestrahlt, bei den LEICOMELT-Proben wurde je 30 Proben der Zustände as-received, WB-Nr. 12 und WB-Nr. 13 gestrahlt.

5.7 Elektropolieren

Zu Beginn wurde die Oberfläche der Proben wie in Kapitel 5.2 beschrieben mechanisch geschliffen und poliert. Nach der Vorbehandlung konnten die Proben elektropoliert werden. Dazu wurden die Proben in einer Elektropolierlösung aus 500 mL Methanol, 360 mL 1-Butanol und 60 mL Perchlorsäure bei $-25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ getaucht und rotiert. An die Probe wurde eine Stromquelle mit 20 V angelegt. Durch das Anlegen der Spannung kommt es zu einer anodischen Oberflächenreaktion und die Oberfläche wird gleichmäßig abgetragen. Der Prozess des Elektropolierens dauerte 15 min. Anschließend wurde der Strom ausgeschaltet und die Probe der Elektropolierlösung entnommen und mit entionisiertem Wasser gereinigt, um die Oberflächenreaktion zu stoppen. Zum Schluss wurden die Proben im Ultraschallbad mit Ethanol gesäubert.

5.8 Umlaufbiegeversuche

5.8.1 Versuchsaufbau

Während des Umlaufbiegeversuchs wird auf eine rotierende Rundprobe ein konstantes 4-Punkt Biegemoment aufgebracht. Dadurch ändert sich an jeder Stelle in der Probe die Spannung sinusförmig während eines Umlaufs. [28]

5.8.2 Versuchsdurchführung

Für die Untersuchung des Einflusses der Korrosion auf die Ermüdungsfestigkeit wurden Wöhlerkurven mit Hilfe des Umlaufbiegeversuchs erstellt.

Diese Untersuchung wurde am Lieferzustand und an den Wärmebehandlungszuständen WB-Nr. 12 und WB-Nr. 13 der Leicomelt-Proben durchgeführt. Als Referenz wurde die Ermüdungsfestigkeit ohne korrosives Medium an Normalatmosphäre gemessen. Als Elektrolyt für die Messungen im korrosiven Medium wurde 0,9m% NaCl-Lösung mit den pH-Werten 5 und 7 verwendet. Der Elektrolyt wurde von oben auf die Probe getropft, so dass die Probe ununterbrochen benetzt war. Für die Erstellung jeder Wöhlerkurve wurden mindestens 2 Proben pro Spannungszustand gemessen. Der Anfangswert der Spannungsamplitude wurde bei ca. 50% der Dehngrenze gewählt. Von diesem Punkt aus wurde sich dann durch Variation der Spannungsamplitude an die obere und untere Grenze (Lastwechsel 1 und 10^7) vorgetastet. Die Versuche wurden im Lieferzustand der Leicomelt-Proben an elektropolierten Proben durchgeführt. Bei den wärmebehandelten Leicomelt-Proben wurden zusätzlich noch Proben mit kugelgestrahlter Oberfläche getestet. Für die LINN-Proben wurden im Lieferzustand unter Normalatmosphäre Wöhlerkurven erstellt. Dabei wurden zwei Oberflächenbeschaffenheiten analysiert, elektropoliert und kugelgestrahlt.

Die verwendete Probengeometrie wurde in Anlehnung an die DIN 50113 [28] gewählt (s. Abbildung 15). Der Durchmesser D der Probeneinspannung wurde auf 10 mm festgelegt. Der Durchmesser der Probe im Prüfbereich musste nach der Oberflächenbehandlung für jede Probe bestimmt werden.

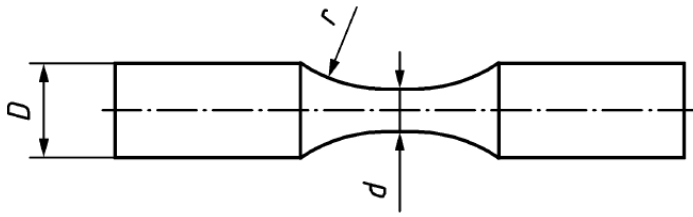


Abbildung 15: Schematische Zeichnung einer Umlaufbiegeprobe [28]

6 Ergebnisse und Auswertung

6.1 Metallographie

6.1.1 Lieferzustand der gegossenen Ti-6Al-4V Stäbe

Zuerst wurde die Mikrostruktur des Lieferzustands der LINN- und Leicomelt-Proben analysiert. Abbildung 16 und Abbildung 17 zeigen die entstandenen Gussgefüge in radialer Richtung für die beiden verwendeten Gussverfahren. In Abbildung 16 ist das Gefüge des LINN-Verfahrens dargestellt. Die Struktur weist für Gussproben ein typisches Erscheinungsbild auf. Allerdings tritt am Rand eine feinkörnige orientierungslose Randzone auf, da dort aufgrund der höchsten Abkühlgeschwindigkeit die Keimbildung stattfindet. Bei weiterer Abkühlung wachsen nur die Körner weiter, die am schnellsten in Erstarrungsrichtung wachsen. Die Körner wachsen als Stängelkristalle vom Rand in das Innere der Probe. Diese Stängelkristalle besitzen eine Vorzugsrichtung und sind für die Gusstextur verantwortlich. Typischerweise tritt bei Gussgefügen in der Mitte des Gussstückes eine globulitische Zone auf, da dieser Teil als letzter erstarrt und Verunreinigungen aufgrund der abnehmenden Löslichkeit in unterkühlten Schmelzen ins Innere des Gussblocks wandern. Diese ist bei den LINN-Proben nicht zu erkennen. Die ausgeprägten Stängelkristalle weisen auf eine hohe Gießtemperatur und eine langsame Abkühlungsrate hin. (vgl. [10, pp. 381-385]) Verglichen mit dem Gefüge der Leicomelt-Proben (Abbildung 17) ist das der LINN-Proben sehr viel feinkörniger. Vor allem am Rand sind deutlich mehr kleinere Körner zu erkennen, aber auch die Stängelkristalle sind nicht so groß gewachsen wie die Körner der Leicomelt-Proben. Bei Gussstücken aus dem Leicomelt-Verfahren scheint die Keimbildung nicht bevorzugt am Rand stattzufinden, sondern es scheinen sich auch Keime im Inneren des Gussstücks zu bilden. Diese spontane Keimbildung in der Schmelze ohne von außen eingebrachte, künstliche Keimbildner nennt sich homogene Keimbildung. Diese wird durch Überhitzen der Schmelze und langes Halten auf hohen Temperaturen gefördert. Die entstandenen Keime wachsen zu Körnern heran. Das Kornwachstum ist maßgeblich von der Abkühltemperatur abhängig. Bei hohen Abkühlraten bilden sich viele kleine Körner. Bei langsamer

Abkühlung kommt es zu einem Kornwachstum und dadurch zu weniger, aber größeren Körnern. [13, pp. 11 - 24]

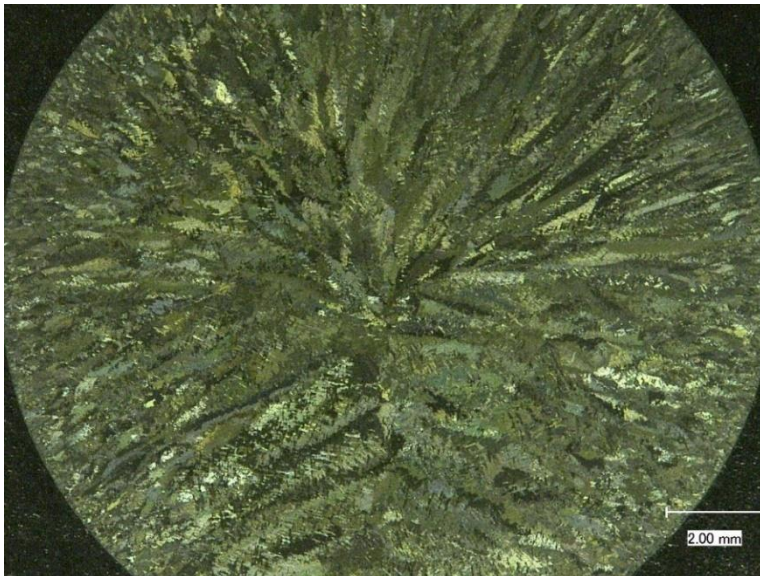


Abbildung 16: Gussgefüge von Ti-6Al-4V, gegossen im L-DED-Verfahren

Laut Access e.V. wurden die Proben nach dem Gießen im Vakuum in diesem gelassen und langsam im Ofen auf unter 250 °C abgekühlt und dann erst aus der Vakuumkammer genommen und an Luft bis auf Raumtemperatur ausgekühlt. Dieses Verfahren wurde für das Abkühlen gewählt, da auf diese Weise verhindert werden kann, dass sich eine spröde α -case Schicht im Randbereich der Probe bildet. Allerdings wurde bei beiden Gießverfahren gleich abgekühlt, daher kann die unterschiedliche Erscheinung der Gefüge nicht darauf zurückgeführt werden. Eine weitere Möglichkeit, Keimbildung in einer Schmelze zu erhalten, ist, künstliche Keimbildner zur Schmelze hinzuzufügen. Dieses Einbringen von künstlichen, artfremden Keimen bzw. Keimbildnern wird heterogene Keimbildung genannt. Keimbildner werden verwendet, um die Korngröße des Gusswerkstoffes und somit auch die Gefügestruktur und die mechanischen Eigenschaften zu kontrollieren. [13, pp. 11 - 24] Allerdings wurden zumindest nicht wesentlich Keimbildner in die Schmelze der L-DED-Proben eingebracht. Mögliche Verunreinigungen, die als Keimbildner fungieren, müssen also entweder während des Schmelzprozesses oder während des Gießens eingebracht worden sein. Eine genauere Untersuchung der Gefüge mit Hilfe von Lichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop (REM)

soll Aufschluss darüber geben, ob die Annahme der heterogenen Keimbildung bei den LINN-Proben korrekt ist.

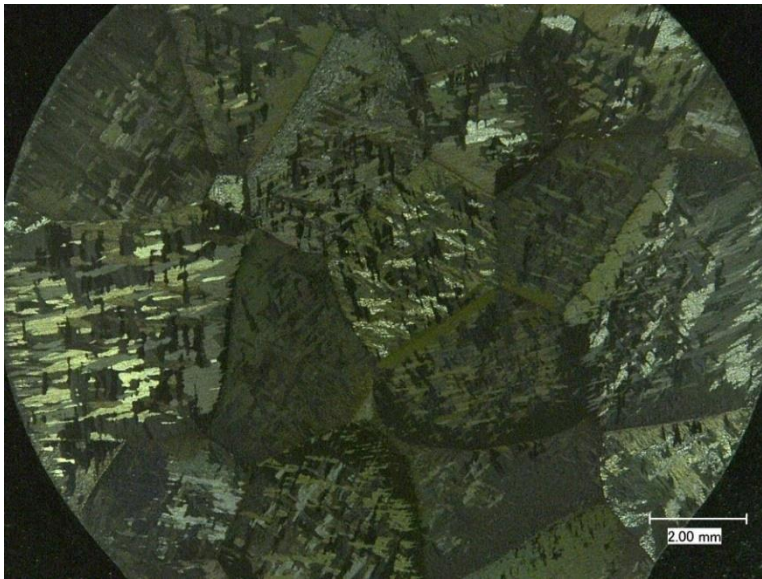


Abbildung 17: Gussgefüge von Ti-6Al-4V, gegossen im Leicomelt-Verfahren

6.1.2 LINN-Proben

Eine genauere Betrachtung der Gefüge bei höheren Auflösungen soll Aufschluss darüber geben, wieso sich eine Veränderung des Gussverfahrens so stark auf die Mikrostruktur auswirkt. Bei 100x-Vergrößerung des Gefüges der LINN-Probe sind deutlich die einzelnen Körner zu erkennen. Diese Körner haben eine Lamellenstruktur. Neben den α -Lamellen in der β -Matrix ist aber auch noch ein anderer Gefügebestandteil zu erkennen. Durch die gesamte Probe zieht sich ein „Netz“ aus „schwarzen Punkten“ (Abbildung 18). Diese Punkte sind Einschlüsse, die als Verunreinigung während des Gießprozesses in das Material eingebracht wurden. Die Verunreinigungen haben sich nicht nur an den Korngrenzen angelagert, sondern auch innerhalb der einzelnen Lamellen, was in Abbildung 19 zu erkennen ist. Diese Verunreinigungen können als Keimbildner fungiert haben und somit die unterschiedlichen Gefügestrukturen der Gusstücke aus den beiden Gießverfahren erklären. Allerdings kann der Ursprung der Partikel nicht durch die Gefügeaufnahmen aufgeklärt werden. Daher soll mit Hilfe einer Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX)-Analyse (beschrieben in Kapitel 6.2.1) die chemische Zusammensetzung der Fremdpartikel bestimmt werden.

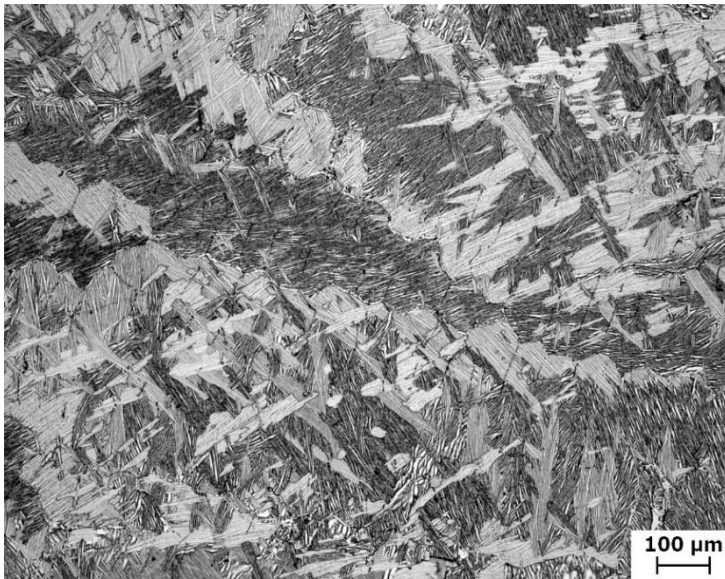


Abbildung 18: Gussgefüge in radial-Richtung von Ti-6Al-4V, gegossen im LINN-Verfahren (100x-Vergrößerung)

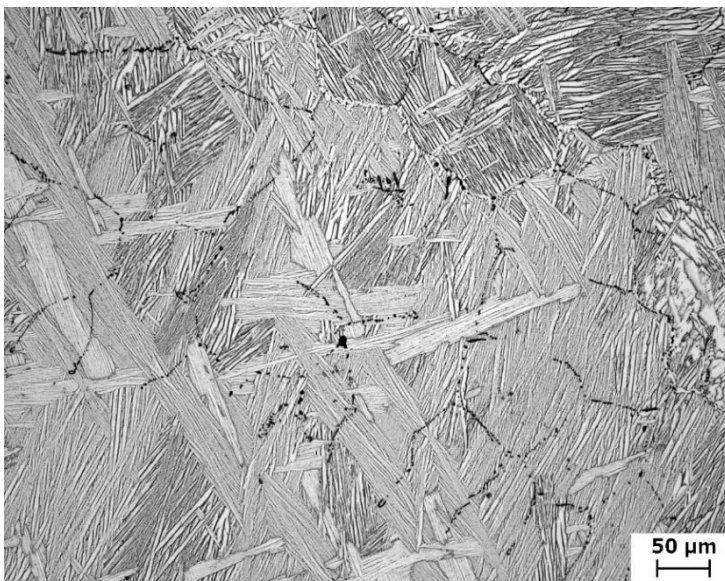


Abbildung 19: Gussgefüge in radial-Richtung von Ti-6Al-4V, gegossen im LINN-Verfahren (200x-Vergrößerung)

6.1.3 Leicomelt-Proben

Das Material aus dem Leicomelt-Verfahren weist ebenfalls eine lamellare $\alpha+\beta$ -Struktur auf (Abbildung 20). Wie beschrieben handelt es sich bei diesem Gefüge um ein sehr grobkörniges. Bei 100x-Vergrößerung lassen sich bereits die einzelnen Lamellen sehr deutlich erkennen. Im Vergleich mit den LINN-Proben sind die Lamellen gröber ausgeprägt.

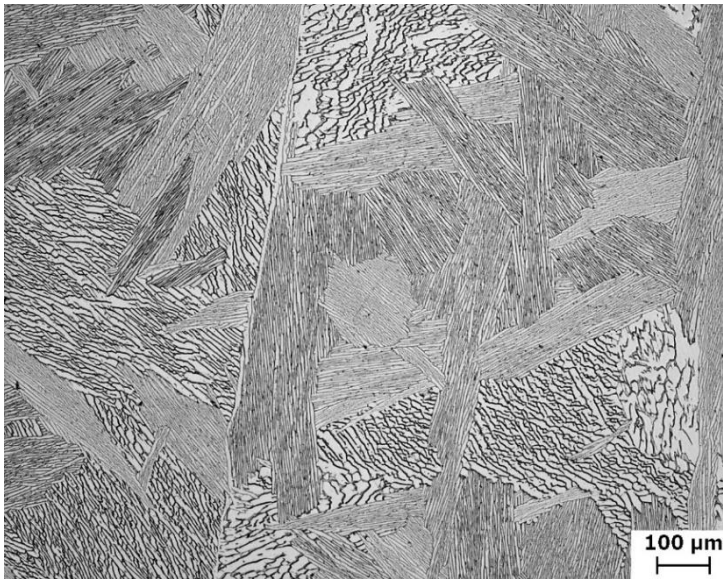


Abbildung 20: Gussgefüge in radial-Richtung von Ti-6Al-4V, gegossen im Leicomelt®-Verfahren (100x-Vergrößerung)

Die ehemalige β -Korngrenze ist deutlich durch die helle α -Anlagerung zu erkennen. Je nach Ausrichtung erscheinen die α -Lamellen dünner oder breiter. Die Lamellen in jeder Kolonie sind gleich orientiert und haben den gleichen Burgersvektor. Die Lamellenbreite ist relativ zu betrachten, da nicht bekannt ist, in welchem Winkel die Lamellen geschnitten wurden. Untersuchungen von Limin et al. [35] zeigen, dass die Lamellenbreite bei schleudergegossenem Ti-6Al-4V durch die Zentrifugalkräfte und durch den Gussstückmodul beeinflusst werden können. Der Gussstückmodul (Erstarrungsmodul) beschreibt das Verhältnis des Gussstückvolumens zur wärmeabgebenden Gussstückoberfläche [36, pp. 50-51]. Durch Erhöhen der Drehgeschwindigkeit und somit der Zentrifugalkräfte kann die Lamellenbreite verringert werden. Eine Studie von Sui et al. [37] bestätigt die Aussage von Limin et al. [35]. Sui et al. [37] haben zudem einen Zusammenhang zwischen Gussstückmodul, der Korngröße und der Lamellenbreite herausgefunden. Mit steigendem Gussstückmodul steigen die Korngröße und die Lamellenbreite.

6.2 REM und EXD-Analyse

6.2.1 LINN-Proben

Eine REM und EDX Analyse der LINN-Probe soll klären, um was für Partikel es sich bei den Fremdbestandteilen in dem Gefüge handelt. Abbildung 21 zeigt die Oberfläche einer LINN-Probe bei 500x Vergrößerung im REM. Die hellen Partikel sind in dieser Abbildung die Fremdpartikel. In Abbildung 22 sind die Stellen, an denen die EDX Analyse durchgeführt wurde, markiert. Die quantitativen Ergebnisse der einzelnen Analysen sind in den Tabelle 4 bis Tabelle 7 aufgeführt. Die den Tabellen zugrundeliegenden Spektren sind im Anhang A bis Anhang D zu finden. In Tabelle 4 sind die quantitativen Ergebnisse der EDX Analyse an Stelle 1 aufgelistet. Die Messung erfolgte an einem Übergang des Fremdpartikels zur Ti-6Al-4V Matrix. Neben den Grundbestandteilen Titan, Aluminium und Vanadium konnte noch ein erheblicher Anteil Yttrium detektiert werden. An Stelle 1 lag der Y-Gehalt bei 27,13Gew.-%.

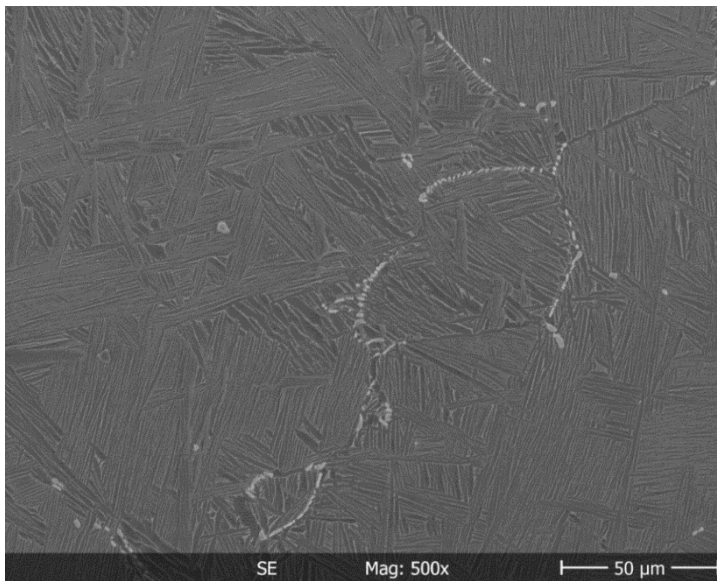


Abbildung 21: REM-Aufnahme bei 500x Vergrößerung einer LINN-Probe

An Stelle 2 war der Y-Anteil mit 15,83Gew.-% etwas geringer (vgl. Tabelle 5), allerdings wurde die Messung auch weiter entfernt von den Fremdpartikeln durchgeführt. Messung 3, die direkt auf einem Fremdpartikel durchgeführt wurde, zeigt, dass sich der Y-Anteil an dieser Stelle bei 80,44Gew.-% befindet.

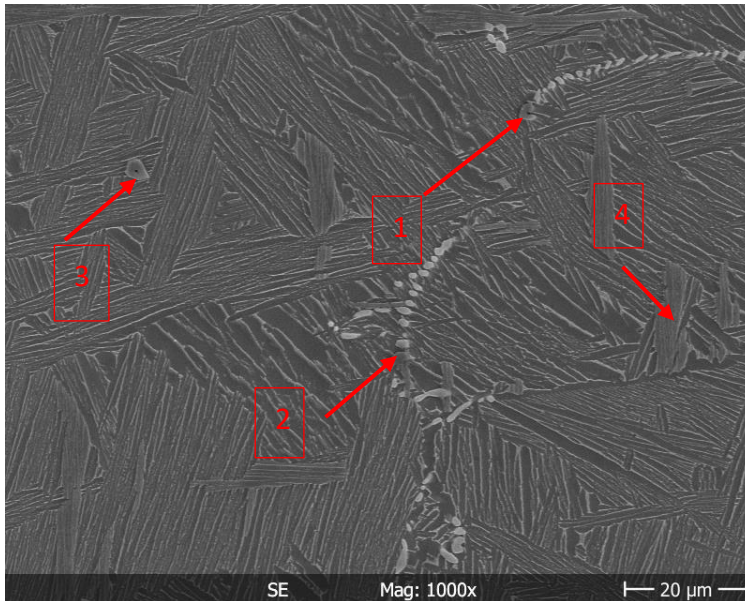


Abbildung 22: REM-Aufnahme bei 1000x Vergrößerung einer LINN-Probe, die Stellen 1-4 markieren die Stellen für die EDX-Analyse.

Weiterhin kann aus dieser Analyse gelesen werden, dass sich die Grundmatrixbestandteile nur in sehr geringen Mengen an dieser Stelle befinden. Der Titan-Gehalt liegt bei Stelle 3 bei nur 18,28Gew.-%, Al bei 0,41Gew.-% und V bei 0,87Gew.-%.

Tabelle 4: Quantitatives Ergebnis der Stelle 1 (vgl. Abbildung 23)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	733,1	65,99	73,96
Al	Ka	35,6	2,58	5,13
V	Ka	42,7	4,30	4,53
Y	La	261,1	27,13	16,38
Summe			100,00	100,00

Durch die EDX-Analyse lassen sich die Fremdpartikel als Yttrium festlegen. Es ist sehr wahrscheinlich, dass die Verunreinigungen während des Gießprozesses in das Material eingebracht wurden, da beim LINN-Prozess das zu vergießende Material in einem Keramiktiegel aus Yttriumoxid (Y_2O_3) geschmolzen wird. Die Titanschmelze kann mit der Keramik reagieren und sowohl das Metall als auch den Sauerstoff vollständig in sich lösen [8, pp. 275-278].

Tabelle 5: Quantitatives Ergebnis der Stelle 2 (vgl. Abbildung 23)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	969,6	78,09	82,43
Al	Ka	42,3	2,87	5,37
V	Ka	35,5	3,21	3,19
Y	La	164,8	15,83	9,00
Summe			100,00	100,00

Tabelle 6: Quantitatives Ergebnis der Stelle 3 (vgl. Abbildung 23)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	152,6	18,28	28,94
Al	Ka	5,3	0,41	1,16
V	Ka	6,6	0,87	1,29
Y	La	679,8	80,44	68,61
Summe			100,00	100,00

Tetsui et al. [38] beweisen in ihrer Studie, dass durch das Aufschmelzen von Ti-6Al-4V sowohl Sauerstoff als auch Yttrium in der Schmelze gelöst werden und als Verunreinigung im erstarrten Bauteil nachweisbar sind. Allerdings ist der interstitiell gelöste Sauerstoffanteil deutlich geringer, als wenn die Titan-Legierung in einer anderen Keramik (Calciumoxid, Zirkonoxid oder Aluminiumoxid) aufgeschmolzen worden wäre [38]. Eine Studie von Ertuan et al. [39] zeigt, dass die Zugabe von Yttrium zu einer Titan-Legierung zwar einen positiven Einfluss auf die Verringerung der Korngröße und die Formfüllung beim Gießen hat, aber bei einem Y-Anteil von mehr als 0,3Gew% einen negativen auf die mechanischen Eigenschaften. Poorganji et al. [40] beweisen in ihrer Studie ebenfalls einen Zusammenhang zwischen Korngröße und Y-Zusatz. Durch Zugabe von Yttrium kann die Korngröße verringert werden, da die Y- oder Y_2O_3 -Partikel als Keimbildner fungieren und somit mehr Keime gebildet werden können. Dies kann zum Teil die unterschiedlichen Gefügeausprägungen der LINN- und Leicomelt-Proben erklären. Durch das im Material gelöste Y bilden sich beim LINN-Verfahren viel mehr Keime

als beim Leicomelt-Verfahren. Diese Keime wachsen dann in Richtung des Abkühlgradienten, bis sie auf ein anderes Korn treffen und das Wachstum dadurch gestoppt wird. Limberg und Ebel [41] haben in ihrer Studie spritzgegossenes Ti-6Al-4V mit Y-Zusätzen von 0,1-0,2Gew.-% untersucht. Sie haben herausgefunden, dass sowohl der Anteil als auch die Größe der Y-Partikel einen Einfluss auf das entstehende Gefüge haben. Mit steigendem Y-Anteil steigen sowohl die Porosität als auch der im Material gelöste Sauerstoffanteil. Die mechanischen Eigenschaften werden von dem Y-Zusatz negativ beeinflusst. Besonders die Dehnung verringert sich.

Die Messung der Grundmatrix erfolgte an Position 4 (siehe Abbildung 22). Das quantitative Ergebnis für die Elemente Titan, Aluminium, Vanadium und Yttrium ist in Tabelle 7 dargestellt. Auffällig ist, dass der Anteil von Aluminium mit 3,43Gew.-% deutlich unterhalb des minimalen Wertes der Norm [1] liegt. Die Norm DIN EN ISO 5832-3 [42] für den Einsatz von geschmiedetem Ti-6Al-4V als chirurgischem Implantat stimmt im Falle der Zusammensetzung der Legierung mit der ASTM F 1108-04 [1] überein und besagt, dass der Massenanteil von Aluminium zwischen 5,5 und 6,75Gew.-% liegen muss. Der Vanadium-Anteil liegt mit 4,41Gew.-% an der oberen Grenze des erlaubten Bereichs von 3,5-4,5Gew.-% [1] [42]. Yttrium ist laut diesen beiden Normen in der chemischen Zusammensetzung der Legierung nicht vorgesehen.

Tabelle 7: Quantitatives Ergebnis der Stelle 4 (vgl. Abbildung 23)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	1344,2	92,10	89,97
Al	Ka	55,5	3,43	5,95
V	Ka	56,9	4,41	4,05
Y	La	0,7	0,06	0,03
Summe			100,00	100,00

6.2.2 Leicomelt-Proben

An den Leicomelt-Proben soll mittels EDX-Analyse geklärt werden, ob es durch den Erstarrungsprozess nach dem Gießen zu einer inhomogenen Verteilung der

Legierungselemente innerhalb des Gussgefüges kommt. Hierzu wurden an mehreren Stellen einer Probe EDX-Analysen durchgeführt. Da sich Verunreinigungen häufig an Korngrenzen anlagern, wurden diese mit dem Inneren der Körner verglichen. In Abbildung 23 ist eine REM-Aufnahme des Gefüges einer Leicomelt-Probe zu sehen. An Stelle 1 und an Stelle 2 wurden EDX-Messungen durchgeführt. Die Messung an Stelle 1 gibt die lokale Zusammensetzung der Legierung an dieser Stelle im Inneren des Korns an. In Tabelle 8 sind die Ergebnisse zusammengefasst, das dazugehörige Spektrum ist in Anhang G zu finden. Es konnten nur die drei wichtigsten Legierungselemente - Titan, Aluminium und Vanadium - an diesem Ort detektiert werden.

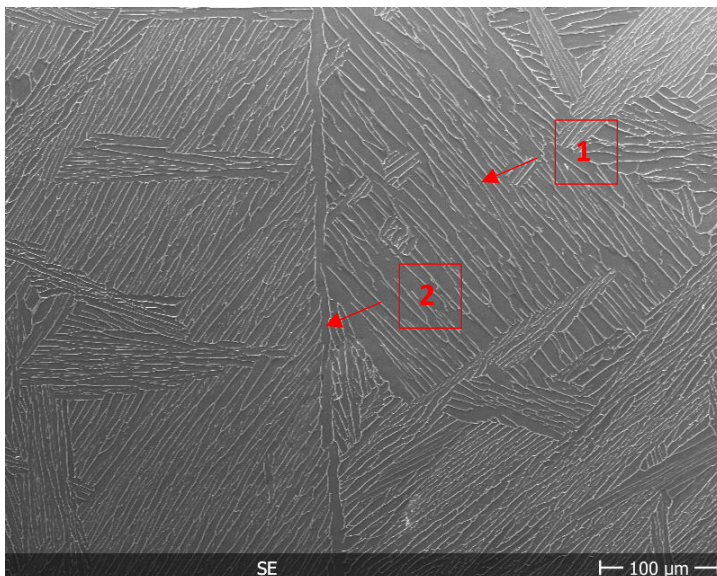


Abbildung 23: REM Aufnahme einer Leicomelt-Probe im Lieferzustand. Markiert sind die Stellen der EDX-Messungen. Stelle 1 ist im Korn, Stelle 2 auf der Korngrenze

Im Inneren des Korns liegt an Stelle 1 der Anteil von Aluminium bei 4,06Gew.-%, der von Vanadium bei 3,23Gew.-% und der von Titan bei 92,71Gew.-%. Die Norm für den Einsatz von Ti-6Al-4V als chirurgisches Implantat [42] besagt, dass der Massenanteil von Aluminium zwischen 5,5 und 6,75Gew.-% liegen muss und der von Vanadium zwischen 3,5 und 4,5Gew.-%. Die Ergebnisse der EDX-Messung zeigt allerdings, dass zumindest lokal die Konzentrationen der Legierungselemente zu niedrig sind.

Tabelle 8: Quantitatives Ergebnis der EDX-Messung an Stelle 1 (vgl. Abbildung 23)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	665,5	92,71	90,05
Al	Ka	32,4	4,06	7,00
V	Ka	20,5	3,23	2,95
Summe			100,00	100,00

Die EDX-Messung auf der Korngrenze (Stelle 2 in Abbildung 23) weist ein ähnliches quantitatives Ergebnis auf. In Tabelle 9 sind diese aufgelistet, das dazugehörige Spektrum liegt in Anhang H. Die Gew.-% Anteile von Aluminium und Vanadium liegen mit 3,69Gew.-% und 2,36Gew.-% deutlich unterhalb der geforderten Werte der Norm [42] [1].

Tabelle 9: Quantitatives Ergebnis der EDX-Messung an Stelle 2 (vgl. Abbildung 23)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	651,2	93,94	91,45
Al	Ka	28,5	3,69	6,39
V	Ka	14,5	2,36	2,16
Summe			100,00	100,00

EDX-Analysen an einer weiteren Probe bestätigen diese Ergebnisse. Die Ergebnisse sind im Anhang I bis Anhang L tabellarisch und als Spektrum aufgeführt.

6.3 Zugversuch

6.3.1 Zugversuch der LINN – Proben

6.3.1.1 Mechanische Eigenschaften

Schon bei der Versuchsdurchführung ist aufgefallen, dass die LINN-Proben sehr früh ohne viel Verformung brechen, aus diesem Grund wurde der Feindehnungsaufnehmer schon nach 0,5% Dehnung entfernt. Abbildung 24 zeigt eine σ - ϵ -Kurve für eine Probe im Lieferzustand. Die Dehnung im elastischen Bereich

wurde mit einem Feindehnungsaufnehmer gemessen. Dieser Bereich wurde verwendet, um den E-Modul des Materials zu bestimmen. Sobald das Extensiomter entfernt wurde, kam es zu einem klaren Ende des reversiblen Verformungsbereiches. Die Spannung steigt anschließend bis zu einem Maximum, der Zugfestigkeit, an, an diesem Punkt brach die Probe. Die wichtigsten mechanischen Eigenschaften, die aus dem Zugversuch abgeleitet werden können, sind in Tabelle 10 dargestellt. Die Ergebnisse sind Mittelwerte, die sich aus der Auswertung mehrerer Versuche ergeben haben. Der E-Modul wird zu 120 GPa bestimmt, die Dehngrenze liegt bei 667 MPa, die Zugfestigkeit bei 790 MPa und die Bruchdehnung bei 1,1%.

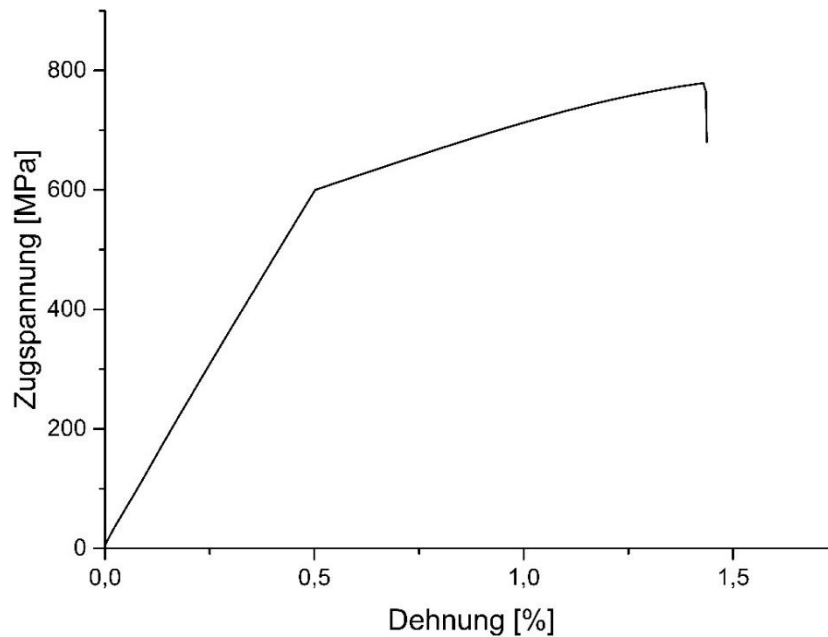


Abbildung 24: Beispiel eines Spannungs-Dehnungs-Diagramms für eine LINN – Probe im Lieferzustand

Es wurde darauf verzichtet, die Brucheinschnürung zu berechnen, da die Einschnürung erst nach Überschreiten der Zugfestigkeit auftritt. Zwischen Dehngrenze und Zugfestigkeit kommt es zu einer Gleichmaßdehnung, d.h. der Probenquerschnitt verringert sich über die gesamte Messlänge gleich.

Tabelle 10: Mechanische Eigenschaften der LINN-Proben ermittelt im Zugversuch

	E-Modul [GPa]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]
Soll-Wert [1]		758	860	8
Lieferzustand	120 ± 4	677 ± 25	790 ± 10	1,1 ± 0,2

Die Dehngrenze R_{p0,2} gibt die Spannung an, die bei 0,2% plastischer Dehnung der Probe erreicht wird. Dass der Übergang von elastischer zu plastischer Dehnung so stark ausgeprägt ist, ist den beiden Messverfahren geschuldet. Die ersten 0,5% Dehnung wurden über einen Feindehnungsaufnehmer gemessen, der auf der Probe angebracht worden war. Daher wurde in diesen Anteil der Dehnung auch nur die Verformung der Probe gemessen; nachdem diese 0,5% Dehnung überschritten worden war, wurde die Dehnung über den Verfahrensweg der Maschine bestimmt. Allerdings wird hierbei nicht nur die Verformung der Probe aufgenommen, sondern auch die Verformung der Maschine selbst, genauso wie die Verformung der Einspannung.

Die Proben aus dem LINN-Prozess weisen für eine Ti-6Al-4V-Legierung geringe Spannungskennwerte und mit 1,1% eine sehr geringe Bruchdehnung auf (vgl. Tabelle 10 und [1]). Besonders die geringe Dehnung ist nicht charakteristisch für Ti-6Al-4V, sondern weist ein sprödes Bruchverhalten des Materials aus. Von einem spröden Werkstoff wird gesprochen, wenn kein bzw. ein eingeschränktes plastisches Verformungsvermögen vorliegt [43, p. 12]. Diese sehr geringe Dehnung korreliert mit den Ergebnissen von Limberg und Ebel [41], die eine starke Verringerung der Dehnung durch Zugabe von groben Y-Partikeln zu Ti-6Al-4V festgestellt haben.

6.3.1.2 Bruchflächenanalyse

Auf Grund des untypischen Verhaltens der LINN-Proben beim Zugversuch wurden die Bruchflächen der LINN-Proben in einem REM untersucht. Abbildung 25 zeigt eine typische Bruchfläche für die LINN-Proben. Die Probe ist entlang des Yttrium-Netzwerks gebrochen. Abbildung 26 stellt einen Ausschnitt der Bruchfläche bei

1000x Vergrößerung dar. Es ist noch immer zum Großteil die lamellare Struktur zu erkennen, allerdings hat sich das Material in einigen Bereichen verformt und es hat sich eine wabenartige Struktur gebildet. Es wurden an dieser Bruchfläche zwei EDX-Analysen durchgeführt. Die erste Messung wurde in einem lamellaren Bereich getätigt, die zweite Messung in einem wabenartigen. Die Analyse im lamellaren Bereich hat ergeben, dass sich dort ein Y-Gehalt von 14,71Gew.-% befindet (vgl. Tabelle 11, Anhang E). In diesem Bereich sind keine großen plastischen Verformungen aufgetreten, was die Ergebnisse aus dem Zugversuch unterstreicht. An der zweiten Stelle ist das Material teils plastisch verformt, was sich in der wabenartigen Struktur präsentiert. Eine Elementanalyse an dieser Stelle hat ergeben, dass mit 0,33Gew.-% nur sehr wenig Y an diesen Punkt vorliegt. Es überwiegt Ti mit 95,15Gew.-%. Die anderen beiden Legierungselemente Al und V liegen deutlich unterhalb der Grenzwerte (siehe Tabelle 12, Anhang F) [42].

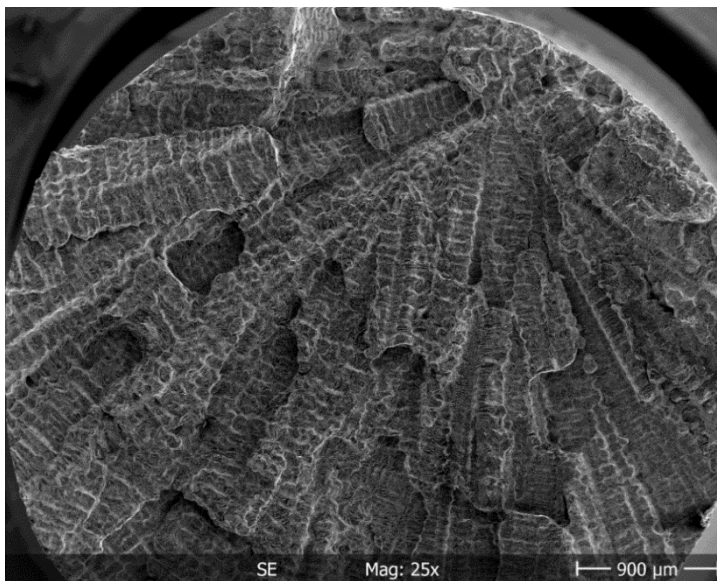


Abbildung 25: Bruchfläche einer LINN-Probe bei 25x Vergrößerung

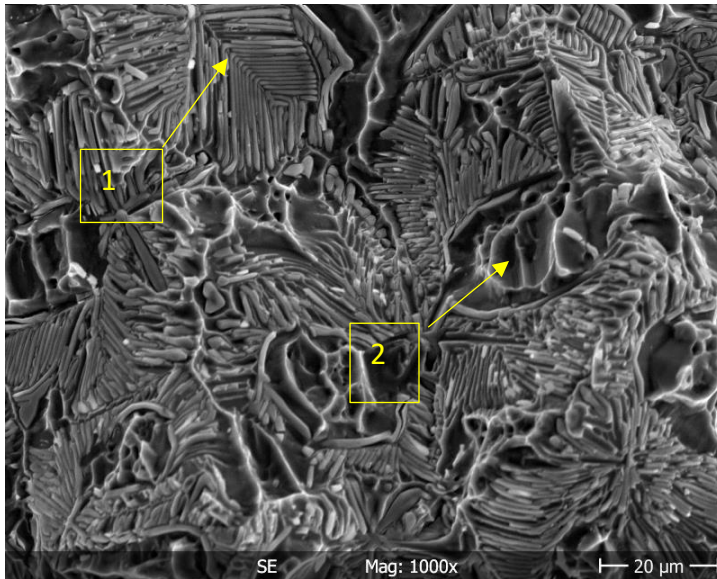


Abbildung 26: Detailaufnahme der Bruchfläche einer LINN-Probe bei 1000x Vergrößerung, EXD – Messungen an Stelle 1 und 2

Tabelle 11: Quantitatives Ergebnis der EDX-Messung an Stelle 1 in Abbildung 26

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Al	Ka	25,0	2,62	5,14
Ti	Ka	541,0	70,03	77,40
V	Ka	18,2	2,64	2,74
Y	La	164,4	24,71	14,71
Summe			100,00	100,00

Tabelle 12: Quantitatives Ergebnis der EDX-Messung an Stelle 2 in Abbildung 26

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Al	Ka	16,0	1,75	3,09
Ti	Ka	794,9	96,08	95,15
V	Ka	11,3	1,55	1,44
Y	La	4,1	0,61	0,33
Summe			100,00	100,00

6.3.2 Zugversuche der Leicomelt-Proben

6.3.2.1 Mechanische Eigenschaften

Der Lieferzustand und die wärmebehandelten Leicomelt-Proben wurden hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften im Zugversuch untersucht. Die Soll-Werte der Proben sind in der ASTM-Norm [1] gegeben. Die Ergebnisse der Zugversuche sind in Tabelle 13 aufgeführt. Da die Ergebnisse mehrerer Versuche pro Zustand gemittelt wurden, sind die Standardabweichungen mit angegeben.

Bei Lieferzustand liegen die Festigkeiten mit einer Streckgrenze von 737 ± 10 MPa und einer Zugfestigkeit von 800 ± 17 MPa jeweils ca. 10% unterhalb der Soll-Werte, die Bruchdehnung liegt mit $7,5 \pm 1,5\%$ im Rahmen der Norm.

Durch ein einfaches β -Glühen können die Festigkeitswerte verbessert werden, allerdings verringert sich dadurch die Bruchdehnung deutlich (vgl. WB-Nr. 1 und 11 in Tabelle 13). Die dadurch erreichten Zugfestigkeiten liegen im Bereich der Soll-Werte, die Streckgrenze liegt ca. 7% über der Mindestanforderung. Der Unterschied dieser beiden Behandlungsprozesse liegt in der Glühatmosphäre und dem Abkühlmedium (vgl. Tabelle 3). Aus den Ergebnissen der Zugversuche lassen sich keine signifikanten Einflüsse der Atmosphäre und des Abkühlmediums ableiten, wobei sowohl das Abkühlen an Luft als auch das Abkühlen in Argon in einer ruhenden Atmosphäre erfolgt ist und es nicht abgeschreckt wurde. Ein sich dem β -Glühen anschließendes Auslagern der Proben bei erhöhten Temperaturen soll eine Verbesserung der Dehnung bringen, wobei die Zugfestigkeit und die Streckgrenze leicht verschlechtert werden. Wie die Ergebnisse der WB-Nr. 2 zeigen, führt eine Auslagerung bei 850 °C für 2 h mit anschließender Abkühlung an Luft dazu, dass die Dehnung im Vergleich zu den nicht ausgelagerten Proben um 1% auf 5,2% steigt, wobei die Festigkeiten leicht sinken. Die Streckgrenze und die Zugfestigkeit liegen weiterhin im Soll-Bereich. Bei WB-Nr. 12 wurden die gleichen Temperaturen und Haltezeiten verwendet wie bei WB-Nr. 2, nur, dass jetzt in Vakuum geglüht wurde statt in Normalatmosphäre und die Abkühlung an Stelle von Luft in Argon erfolgte. Ein Vergleich dieser beiden Wärmebehandlungen zeigt, dass durch WB-Nr. 12 sowohl bessere Festigkeiten als auch eine bessere Bruchdehnung erzielt werden kann. Die Bruchdehnung liegt nur knapp unter dem

Soll-Wert. Eine Auslagerung der Proben für 24 h bei 500 °C führt allerdings zu einer weiteren Steigerung der Festigkeitswerte deutlich über die Mindestanforderung, aber die der Bruchdehnung wird mit $2,9 \pm 1,4\%$ deutlich unterschritten (s. WB-Nr. 3). Bei den Wärmebehandlungen WB-Nr. 4-10 wurde bei verschiedenen Temperaturen und Haltezeiten ausgelagert. Für WB-Nr. 10 wurde in Vakuum geglüht und anschließend in Argon abgekühlt, die anderen Behandlungen wurden an Normalatmosphäre durchgeführt und die Abkühlung erfolgte an Luft. Durch keine der Auslagerungen können die geforderten Werte erreicht werden, mit WB-Nr. 9 und WB-Nr. 10 können die geforderten Festigkeiten getroffen werden, hingegen nicht die geforderte Bruchdehnung. Diese beiden Wärmebehandlungen unterscheiden sich nur hinsichtlich der Atmosphäre und des Abkühlmediums, welches aber auch einen Einfluss auf die Abkühlgeschwindigkeit hat. Somit können die leicht voneinander abweichenden Werte erklärt werden.

Tabelle 13: Mechanische Eigenschaften der wärmebehandelten Leicomelt-Proben, zum Vergleich sind das Ergebnis des Lieferzustandes (as-received) mit angegeben und die Soll-Werte nach Norm [1]

Zustand	E-Modul [GPa]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]
Soll-Wert [1]		758	860	8
As-received	118 ± 2	737 ± 10	800 ± 17	7,5 ± 1,5
WB-Nr. 1	108 ± 3	813 ± 60	886 ± 33	4,2 ± 1,3
WB-Nr. 2	105 ± 10	770 ± 34	854 ± 29	5,2 ± 1,8
WB-Nr. 3	122 ± 4	903 ± 26	924 ± 23	2,9 ± 1,4
WB-Nr. 4	114 ± 5	736 ± 5	813 ± 9	7,7 ± 2,5
WB-Nr. 5	114 ± 2	767 ± 18	814 ± 17	7,2 ± 2,0
WB-Nr. 6	116 ± 3	750 ± 13	800 ± 15	7,3 ± 2,9
WB-Nr. 7	112 ± 4	753 ± 11	773 ± 14	4,6 ± 2,5
WB-Nr. 8	110 ± 5	776 ± 21	820 ± 13	3,3 ± 1,1
WB-Nr. 9	112 ± 3	798 ± 16	874 ± 15	5,7 ± 1,8
WB-Nr. 10	117 ± 2	786 ± 15	852 ± 10	4,7 ± 1,8
WB-Nr. 11	112 ± 4	817 ± 32	883 ± 36	3,2 ± 2,7
WB-Nr. 12	114 ± 2	791 ± 5	882 ± 10	6,9 ± 0,5
WB-Nr. 13	110 ± 2	776 ± 4	853 ± 5	4,4 ± 1,0

Durch die Wärmebehandlung WB-Nr. 13 werden ein E-Modul von 110 GPa, eine Streckgrenze von 776 MPa und eine Zugfestigkeit von 853 MPa erreicht. Die Bruchdehnung beträgt lediglich 4,4%. Die Wärmebehandlungen WB-Nr. 12 und 13 unterscheiden sich in der Dauer des Glühens. Bei WB-Nr. 13 wurde zwei Stunden bei 1050 °C in Vakuum geglüht und anschließend in Argonatmosphäre abgekühlt. Diesem β -Glühen schließt sich ein Warmauslagern bei 850 °C für eine Stunde an. Die Glüh- und Abkühlatmosphäre war gleich wie bei dem β -Glühen.

6.3.2.2 Bruchflächenanalyse

Die Bruchflächen weisen bei allen Leicomelt-Proben ein sehr ähnliches Muster auf (siehe Abbildung 27). Der Bruch verläuft entlang der Korngrenzen. Dieses Bruchbild wird als interkristalliner Spaltbruch bezeichnet. In Abbildung 27 sind die geraden Flanken der ehemaligen Korngrenze deutlich zu erkennen. Es ist ein kleiner Anteil Gewaltbruch am linken Rand zu sehen. Interkristalline Brüche sind ein Hinweis darauf, dass nur eine lokal begrenzte plastische Verformung aufgetreten ist. [44, p. 121]

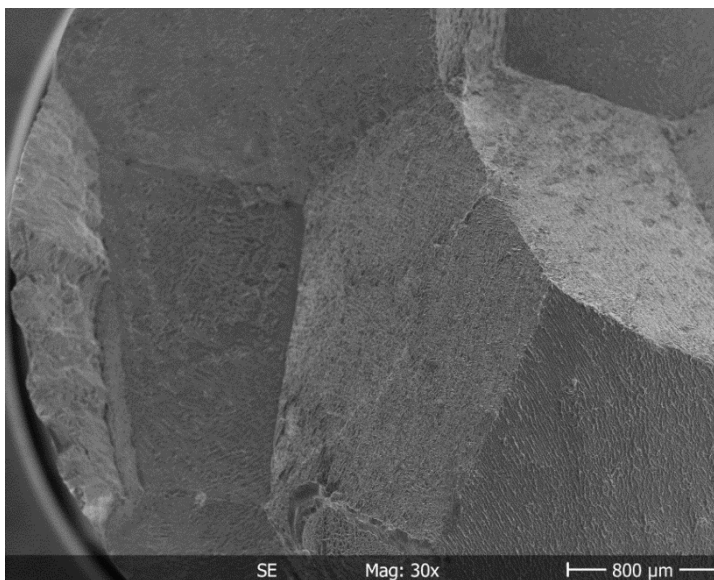


Abbildung 27: Bruchfläche einer Leicomelt-Probe bei 30x Vergrößerung

Bei höherer Vergrößerung (Abbildung 28) ist die Lamellenstruktur entlang der Bruchfläche zu sehen. Allgemein gilt, dass kleinere α -Lamellen und -Kolonien sich

positiv auf die mechanischen Eigenschaften, besonders die Bruchdehnung und die Streckgrenze auswirken [9, p. 217].

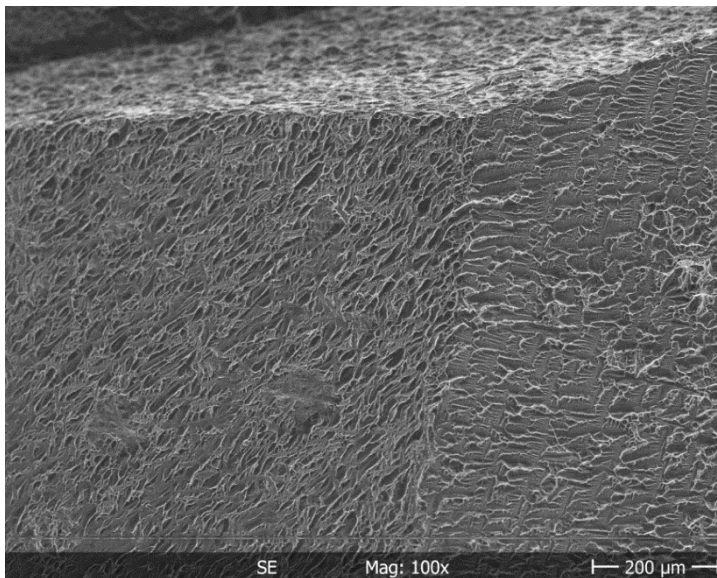


Abbildung 28: Bruchfläche einer Leicomelt-Probe bei 100x Vergrößerung

6.4 Härte

6.4.1 Härteprüfung nach Vickers

Die Mittelwerte der Härteprüfung nach Vickers sind in Tabelle 14 dargestellt. Im Lieferzustand weist die LINN-Probe mit 312HV20 eine höhere Härte auf als die Leicomelt-Probe (289HV20). Die höhere Härte kann auf die kleineren Körner und die Fremdpartikel in der LINN-Probe zurückgeführt werden. Die Y-Partikel in den LINN-Proben bewirken eine Dispersionshärtung. Die Versetzungen können nicht durch die Partikel hindurchwandern, sondern müssen diese umgehen. [10, pp. 270-273] Durch die Wärmebehandlung konnte die Härte der Leicomelt-Probe gesteigert werden. Die Härte steigt durch WB-Nr. 12 auf 308HV20 und durch WB-Nr. 13 auf 319HV20. Wie in Kapitel 3.1.1 beschrieben ist Ti-6Al-4V eine aushärtbare Legierung. Bei der WB-Nr. 12 wurde nach dem β -Glühen für 2 h bei 850 °C ausgelagert. In dieser Zeit sollten sich sowohl in der α -, als auch in der β -Phase Ausscheidungen gebildet haben, die zu einer Härtesteigerung im Vergleich zum Lieferzustand geführt haben. Bei der WB-Nr. 13 wurde das Material nach dem

Lösungsglühen für 1 h ausgelagert. Auch hier können sich Ausscheidungsphasen in dem Gefüge gebildet haben. [9]

Tabelle 14: Makrohärte der LINN- und Leicomelt-Proben im Lieferzustand und der Leicomelt-Proben im Wärmebehandlungszustand 12 und 13

Zustand	Härte [HV20]
LINN, as-received	312
Leicomelt, as-received	289
Leicomelt, WB-Nr. 12	308
Leicomelt, WB-Nr. 13	319

6.4.2 Mikrohärte nach Vickers

Nach dem Kugelstrahlen wurde von den einzelnen Proben ein Mikrohärteverlauf aufgenommen. Diese Analyse soll Aufschluss darüber geben, ob durch das Strahlen die Oberfläche nur angeraut oder auch verdichtet wurde. Das Strahlen der Oberfläche erfolgt im Zusammenhang mit dem Anwendungszweck, um das Einwachsen des Knochens zu verbessern. Ein mögliches Einbringen von Druckeigenspannungen und der daraus resultierenden Verdichtung der oberflächennahen Schicht wäre eine positive Folge, aber nicht zwingend nötig. Im Folgenden werden die Mikrohärteverläufe für die LINN-Proben im Lieferzustand und für die Leicomelt-Proben im as-received-, WB-Nr. 12- und WB-Nr. 13-Zustand analysiert.

6.4.2.1 Mikrohärteverlauf der kugelgestrahlten LINN-Proben

Die Mikrohärte der kugelgestrahlten LINN-Proben ist in Abbildung 29 in Abhängigkeit zum Abstand zum Rand der Probe dargestellt. Die gemessenen Härtewerte wurden linear gefittet. Es ist zu erkennen, dass am Rand der Probe die Härte höher ist als in der Mitte der Probe (5 mm Abstand zum Rand), dieser Unterschied ist allerdings nicht signifikant. Weiterhin lässt sich aus dem Mikrohärteverlauf erkennen, dass vereinzelt die Härtewerte stark ausschlagen. Diese Messpunkte fallen auf das Yttrium-Netz und weisen daher eine höhere Härte

auf. Reines Yttrium hat eine Härte von 589HB, was 620HV entspricht [45] [46]. Durch das Kugelstrahlen wurde die Oberfläche also nicht signifikant verdichtet.

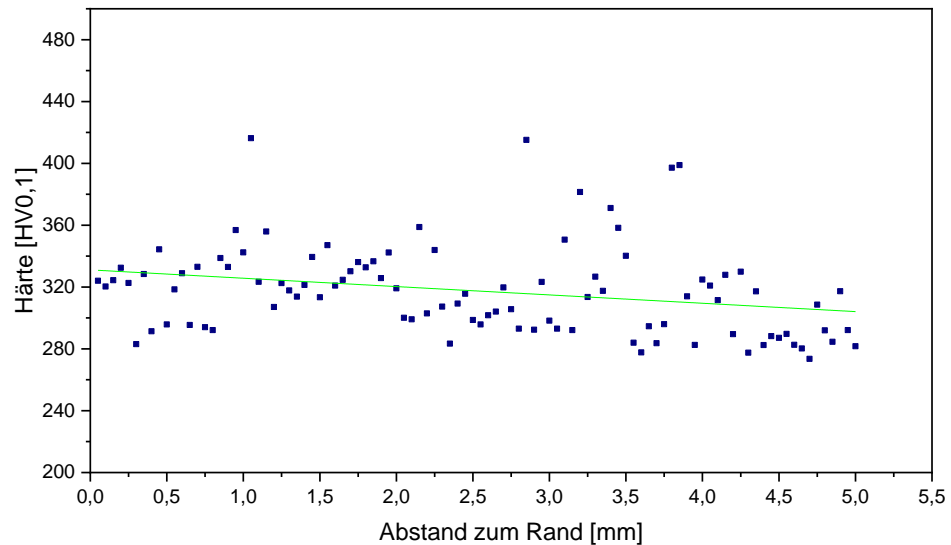


Abbildung 29: Mikrohärteverlauf einer LINN-Probe mit kugelgestrahlter Oberfläche

6.4.2.2 Mikrohärteverlauf der kugelgestrahlten Leicomelt-Proben

In Abbildung 30 ist der Mikrohärteverlauf für den as-received, den WB-Nr. 12 und WB-Nr. 13 Zustand der Leicomelt-Proben dargestellt. Aus den Kurvenverläufen ist erkenntlich, dass es bei keiner der Proben zu einer Verdichtung und daraus resultierenden Härtesteigerung im Randbereich gekommen ist. Bei allen Proben pendelt die gemessene Härte um die des Bulkmaterials. Die Mikrohärteverläufe verdeutlichen die Messergebnisse aus der Makrohärtemessung. Der as-received Zustand weist die niedrigste Härte auf, die von WB-Nr. 13 liegt etwas höher (blaue Kurve in Abbildung 30), am höchsten liegt die Bulkhärte von WB-Nr. 12.

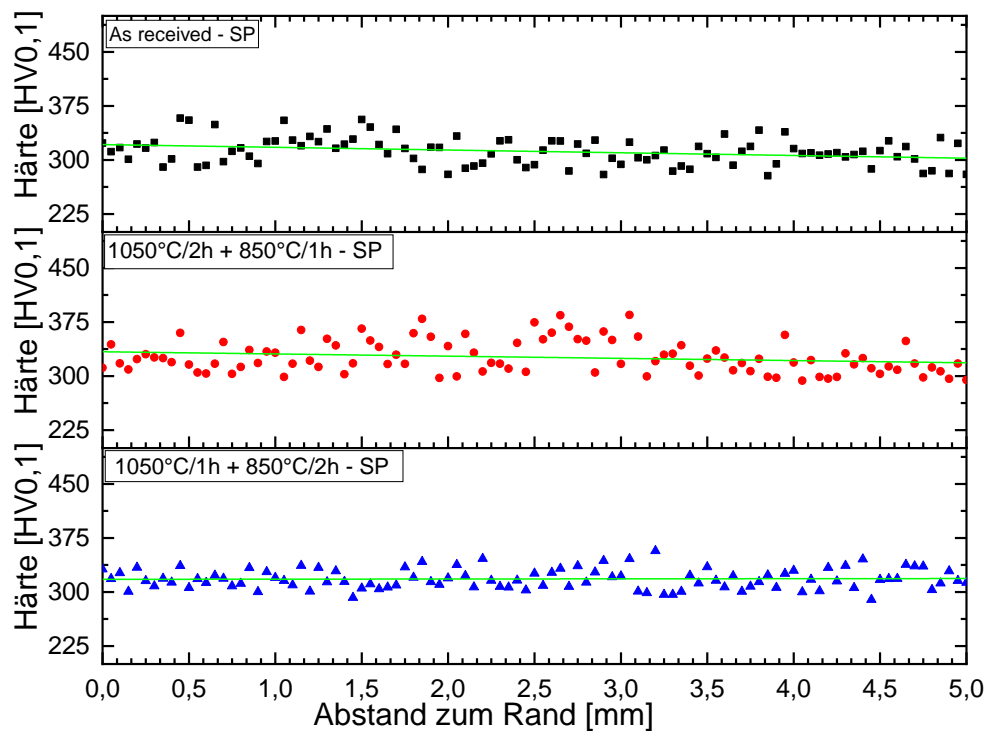


Abbildung 30: Mikrohärteverlauf für SP Proben der Zustände: as-received (schwarz), 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h (rot) (WB-Nr. 13) und 1050 °C/1 h + 850 °C/2 h (blau) (WB-Nr. 12)

6.5 Umlaufbiegeversuche

6.5.1 Umlaufbiegeversuche der LINN-Proben

Für die LINN-Proben wurde die Dauerfestigkeit an den angelieferten Proben untersucht. Hierzu wurden elektropolierte (EP) und gestrahlte (SP) Proben verwendet. Die in Abbildung 31 gezeigten Wöhlerkurven setzen sich aus jeweils mehreren Kurven zusammen. Im elektropolierten Zustand erreicht das Material eine Dauerfestigkeit von 300 MPa. Durch das Strahlen des Materials mit Edelkurrund kann die Dauerfestigkeit um 25 MPa auf 325 MPa gesteigert werden.

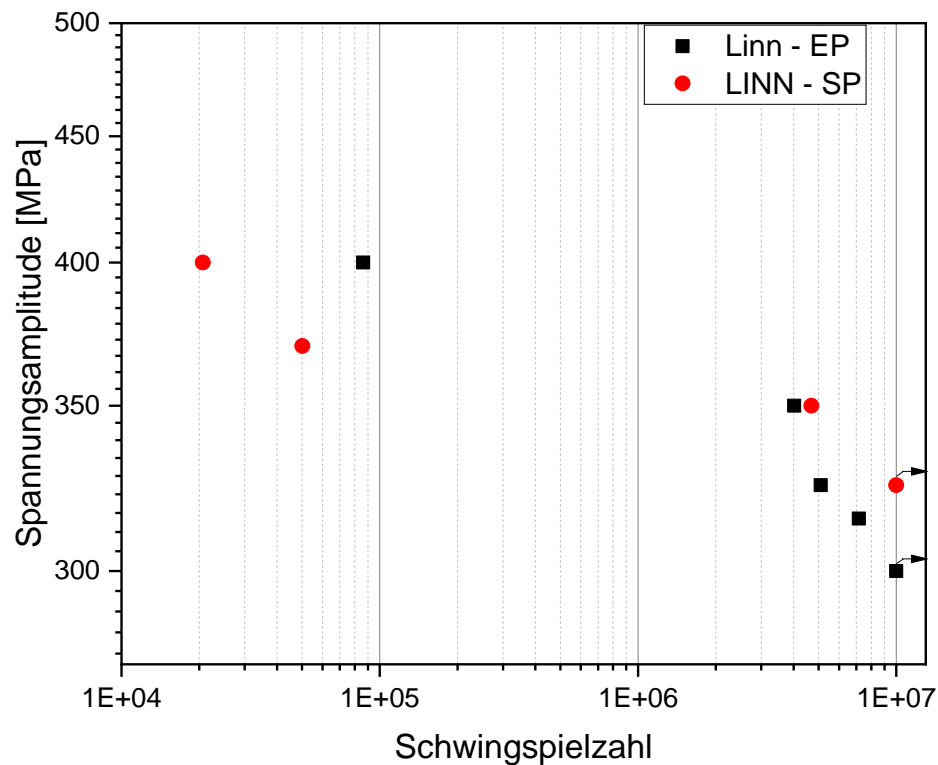


Abbildung 31: Wöhlerkurven der nicht wärmebehandelten LINN-Proben: Elektropolierter Zustand (EP) ist mit schwarzen Quadraten gekennzeichnet, der gestrahlte (SP) Zustand mit roten Punkten.

Im Niedrig-Lastwechselbereich (LCF - low cycle fatigue) hat das Strahlen einen negativen Einfluss auf die Lebensdauer. Bei einer Spannungsamplitude von 400 MPa sinkt die Schwingspielzahl von ca. $9 \cdot 10^4$ Zyklen (EP) auf ca. $2 \cdot 10^4$ Zyklen (SP). Die geringere Schwingspielzahl kann auf die aufgeraute Oberfläche der Proben zurückgeführt werden. Durch die raue Oberfläche wird das Auftreten eines Anrisses begünstigt. Somit sind die Rissentstehung und auch die Rissausbreitung bei den gestrahlten Proben einfacher als bei den elektropolierten.

Die Untersuchung der Bruchfläche der elektropolierten Proben zeigt, dass der Riss am Rand entsteht (siehe roter Pfeil in Abbildung 32) und sich dann vom Rand in das Probeninnere ausbreitet (Abbildung 32).

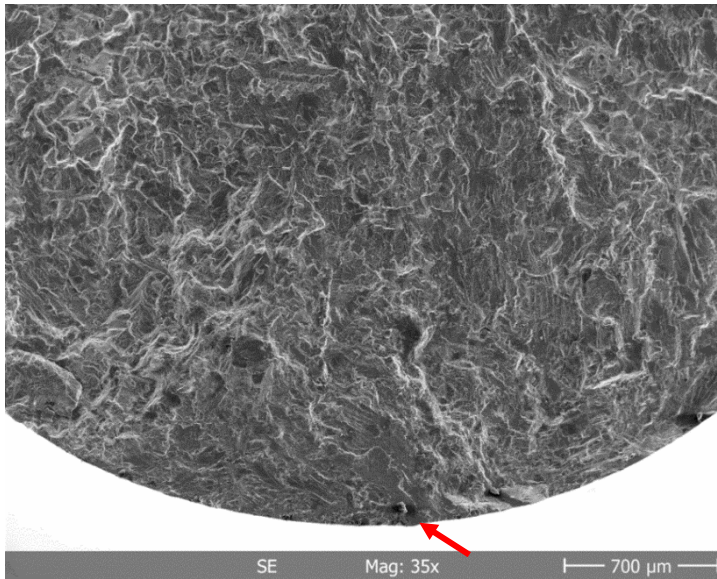


Abbildung 32: Beispielhafte Bruchfläche einer LINN-EP Umlaufbiegeprobe: Rissentstehung und Rissausbreitung

Der Riss wandert durch die Probe hindurch, bis eine kritische Risslänge erreicht ist und die Probe bricht. In Abbildung 33 ist am rechten unteren Rand (unterhalb der roten Linie) ein Teil des Dauerbruchs zu erkennen. Dieser geht in einen Gewaltbruch über. Der Gewaltbruch weist ähnliche Charakteristiken auf wie der Bruch der Zugproben (vgl. Kapitel 6.3.1.2).

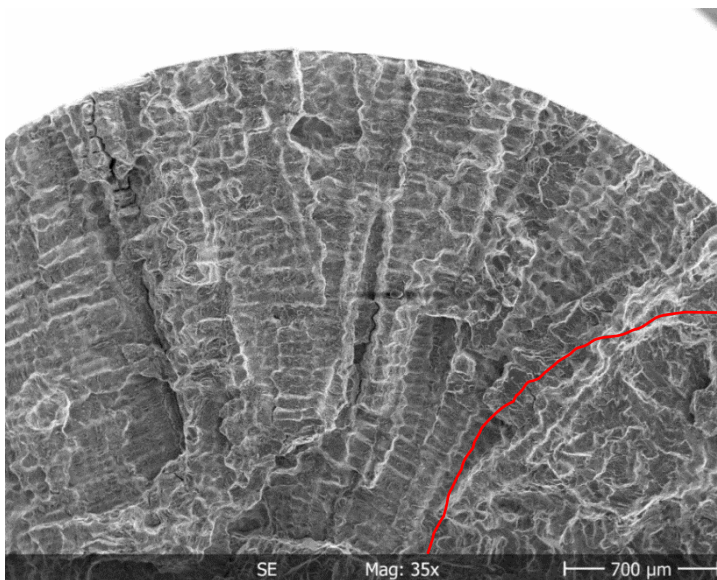


Abbildung 33: Beispielhafte Bruchfläche einer LINN-EP Umlaufbiegeprobe: Rissausbreitung und Bruch

Bei den SP-Proben hat der Riss seinen Ursprung ebenfalls an der Probenoberfläche (s. Abbildung 34). Ein roter Pfeil in der Abbildung markiert den Punkt der Rissentstehung. Der Ursprung des Risses zusammen mit den Ergebnissen der Mikrohärtemessung aus Kapitel 6.4.2 bestätigt, dass die Oberfläche der Proben

durch das Kugelstrahlen angeraut wurde und es zu keiner signifikanten Verdichtung der Oberfläche und oberflächennahen Schicht kam. Durch eine signifikante Verdichtung der Oberfläche und oberflächennahen Schicht wäre der Ursprung des Risses unter die Oberfläche gewandert und hätte zu einer deutlichen Verbesserung der Dauerschwingfestigkeit geführt.

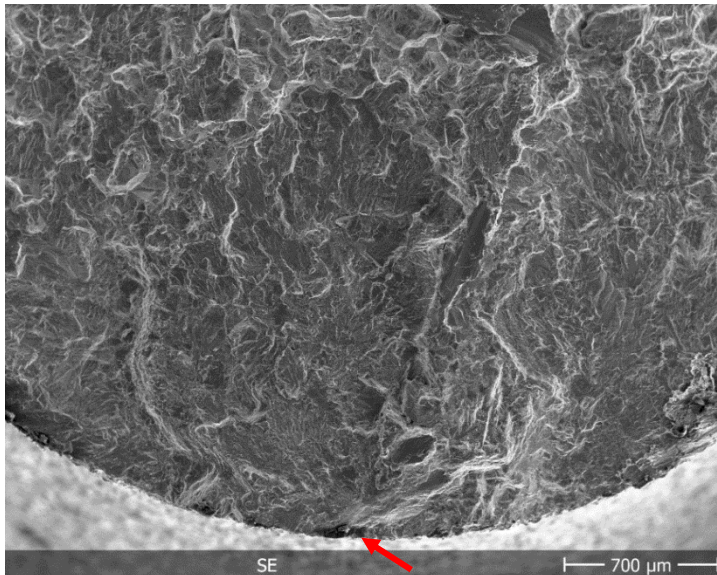


Abbildung 34: Beispielhafte Bruchfläche einer LINN-SP Umlaufbiegeprobe: Rissentstehung und Rissausbreitung

Der Riss wandert durch die SP-Probe hindurch, bis das zusammenhängende Material das aufgebrachte Biegemoment nicht mehr ertragen kann und es zum Versagen des Werkstücks kommt. In Abbildung 35 ist der Restbruch für eine SP-Probe gezeigt. Im Vergleich zu der EP-Probe (Abbildung 33) weist das Bruchbild auf ein duktileres Verhalten hin, da es zu einer größeren Verformung des Materials kam und es nicht entlang des Yttrium-Netzwerks gebrochen ist.

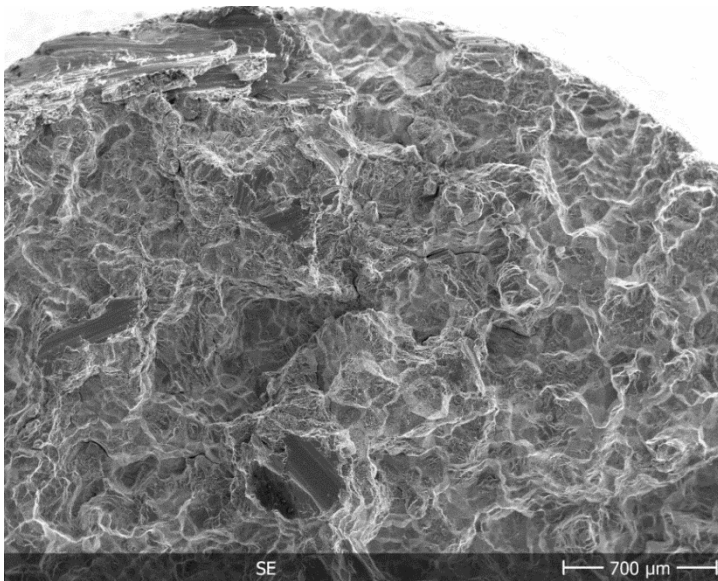


Abbildung 35: Beispielhafte Bruchfläche einer LINN-SP Umlaufbiegeprobe: Rissausbreitung und Bruch

6.5.2 Umlaufbiegeversuche am Lieferzustand (as-received) der Leicomelt-Proben

Abbildung 36 zeigt die Wöhlerkurven für den Lieferzustand in Normalatmosphäre (grün), im korrosiven Medium bei pH-Wert 5 (rot) und im korrosiven Medium bei pH-Wert 7 (blau). Alle Proben weisen die gleiche Oberflächengüte mit einer elektropolierten (EP) Oberfläche auf.

In Normalatmosphäre hat das Material bei 500 MPa eine Schwingspielzahl von 32.600 Zyklen, die Schwingspielzahl steigt mit sinkender Spannungsamplitude, bis bei einer Last von 400 MPa die Dauerfestigkeit mit 10^7 Zyklen erreicht wird.

Bei Betrachtung der beiden Wöhlerkurven im korrosiven Medium ist auffällig, dass der pH-Wert keinen signifikanten Einfluss auf das Ermüdungsverhalten des Materials hat. Weiterhin ist zu erkennen, dass sich der Übergang von Zeitfestigkeit zur Dauerfestigkeit in einem sehr kleinen Spannungsbereich befindet. Bei einer Spannungsamplitude von 375 MPa liegt die Schwingspielzahl bei ca. 107.500 Zyklen, bei einer Spannungsamplitude von 370 MPa erreicht das Material seine Dauerfestigkeit mit mehr als 10^7 Zyklen.

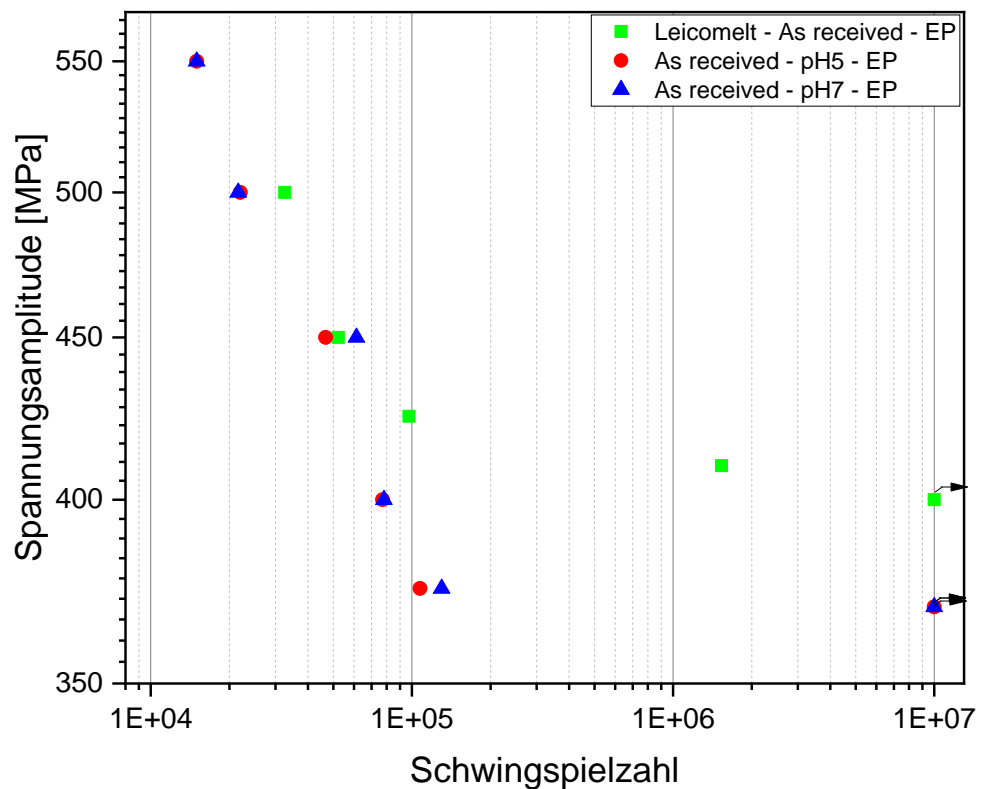


Abbildung 36: Wöhlerkurve für den as-received Zustand: 0,9% NaCl mit pH5 (rot), 0,9% NaCl mit pH7 (blau), Normalatmosphäre (schwarz)

6.5.3 Umlaufbiegeversuche am wärmebehandelten Zustand der Leicomelt-Proben

Abbildung 37 zeigt die Wöhlerkurven für die wärmebehandelten Zustände des Leicomelt-Materials. Hierzu wurden die zwei besten Wärmebehandlungszustände (WB-Nr. 12 und 13) untersucht. Die beiden Zustände zeigen einen ähnlichen Verlauf der Wöhlerkurven. Bei einer Spannungsamplitude von 500 MPa brechen die Proben der WB-Nr. 12 nach $5,25 \cdot 10^4$ Zyklen, die Proben der WB-Nr. 13 nach $6,14 \cdot 10^4$ Zyklen. Die Dauerfestigkeit wird bei beiden Zuständen bei einer Spannungsamplitude von 400 MPa erreicht. Die Wärmebehandlung hat somit keinen Einfluss auf die Dauerfestigkeit des im Leicomelt-Prozess gegossenen Materials, da beim Lieferzustand 10^7 Zyklen ebenfalls bei 400 MPa erreicht wurden (s. Abbildung 36).

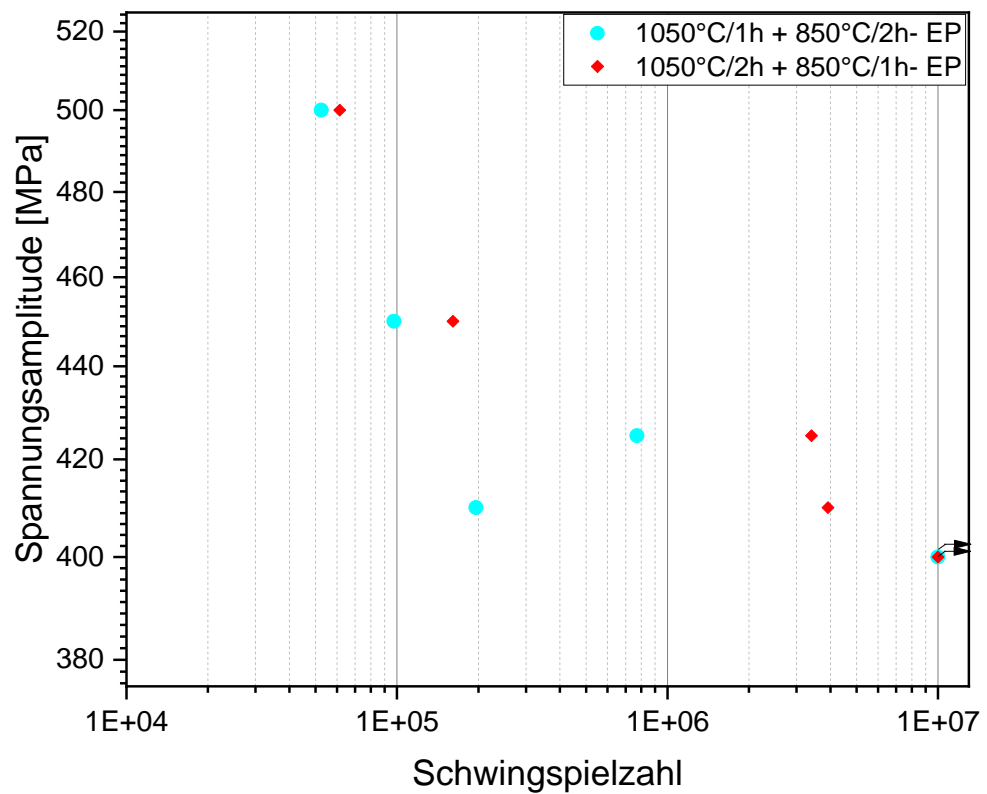


Abbildung 37: Vergleich der wärmebehandelten Leicomelt-Proben im EP-Zustand. Türkis: 1050°C/1h + 850°C/2h; Rot: 1050°C/2h + 850°C/1h

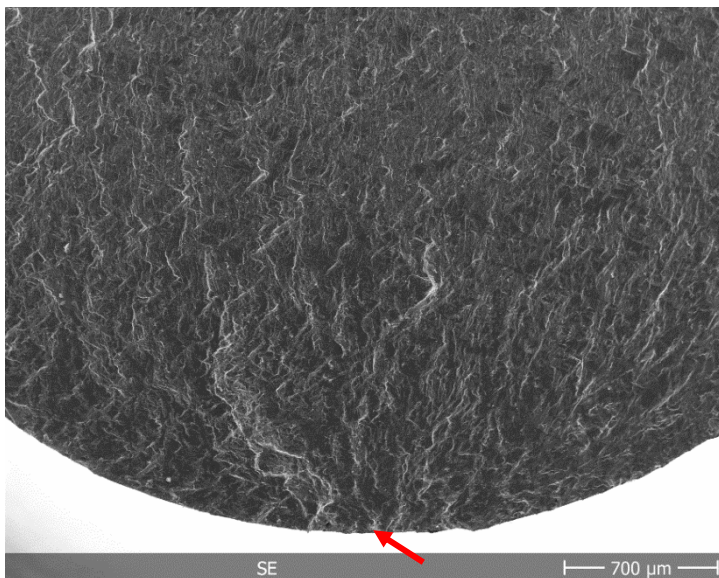


Abbildung 38: Beispielhafte Bruchfläche einer Leicomelt-EP Umlaufbiegeprobe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h: Rissentstehung und Rissausbreitung

Abbildung 38 und Abbildung 39 zeigen jeweils den Ursprung der Rissentstehung und die Rissausbreitung für die unterschiedlich wärmebehandelten Leicomelt-Proben. Die Bruchflächen der beiden Wärmebehandlungen sehen gleich aus. Der Riss entsteht bei beiden Proben an der Oberfläche (roter Pfeil) und breitet sich von dort in das Probeninnere aus.

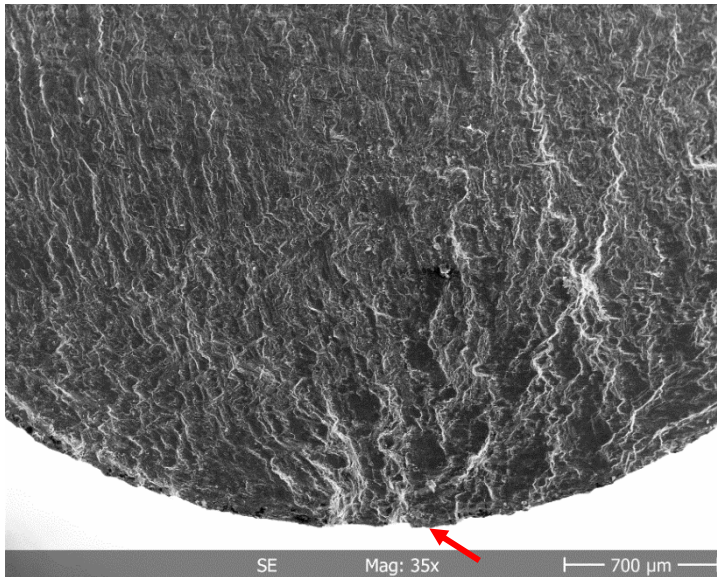


Abbildung 39: Beispielhafte Bruchfläche einer Leicomelt-EP Umlaufbiegeprobe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/1 h + 850 °C/2 h: Rissentstehung und Rissausbreitung

In Abbildung 40 ist ein Vergleich zwischen den gestrahlten Proben in wärmebehandelten Zuständen präsentiert. Die Proben mit der kürzeren β -Glüh-Dauer weisen eine nicht signifikant geringere Dauerfestigkeit auf als die, die für zwei Stunden bei 1050 °C geglüht wurden. Die Dauerfestigkeit wird bei der WB-Nr. 12 bei der Spannungsamplitude von 380 MPa erreicht, bei Proben des WB-Nr. 13 bei 390 MPa. Im Vergleich zum angelieferten EP-Zustand und den wärmebehandelten EP-Zuständen verschiebt sich die Dauerfestigkeit zu niedrigeren Spannungsamplituden. Der Unterschied liegt zwischen 2,5 und 5 %.

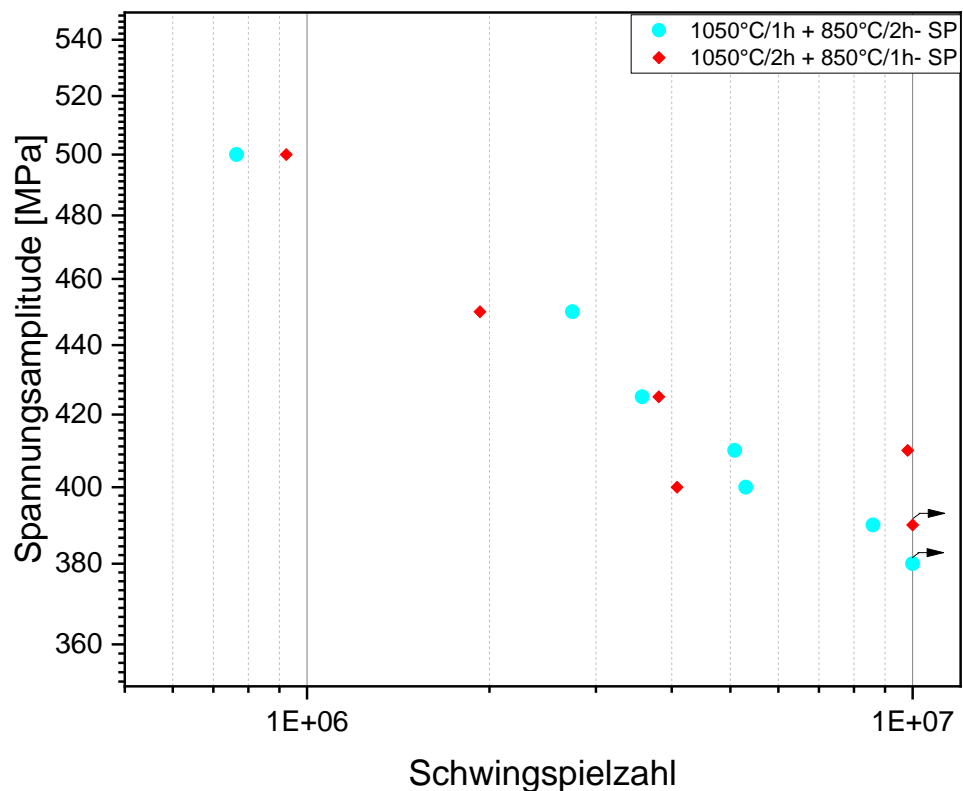


Abbildung 40: Vergleich der wärmebehandelten Leicomelt-Proben im SP-Zustand. Türkis: 1050°C/1h + 850°C/2h; Rot: 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h

Abbildung 41 zeigt die Bruchfläche für eine gestrahlte Leicomelt-Probe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h (WB-Nr. 13). Der Riss entsteht wieder an der Probenoberfläche und breitet sich von dort aus. Der Riss trifft beim Ausbreiten auf Korngrenzen und gleitet an diesen entlang (s. Flächen mit roten Pfeilen in Abbildung 41). Nachdem die Probe an den Korngrenzen gebrochen ist, ändert sich das Bruchverhalten von einem Gleitbruch wieder zu einem Dauerbruch. Des Weiteren ist an der Kante, an der sich die beiden Korngrenzflächen berühren, ein Riss zu erkennen. Der Riss ist nicht wie bei den anderen Proben beobachtet durch das Korn hindurchgewandert, sondern an den Korngrenzen entlang. Dies deutet darauf hin, dass bei dieser Probe die Bindungsenergie an der Korngrenze geringer ist als im Korn.

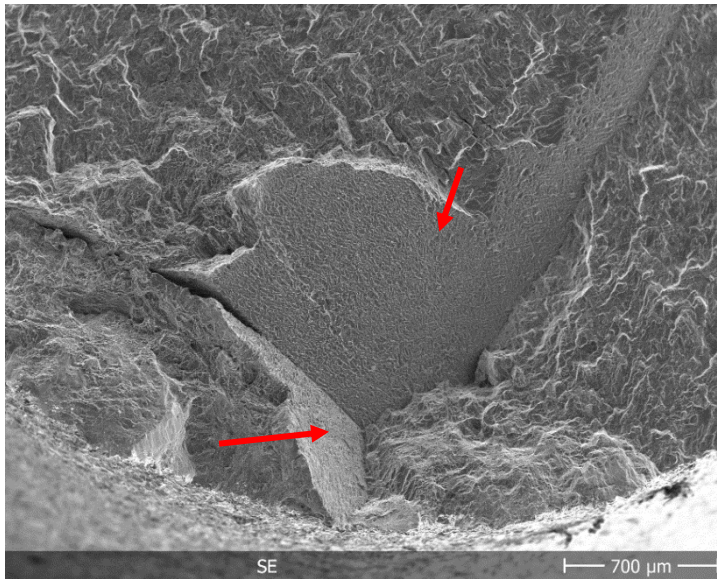


Abbildung 41: Beispielhafte Bruchfläche einer Leicomelt-SP Umlaufbiegeprobe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h: Rissentstehung und Rissausbreitung

In Abbildung 42 ist die Bruchfläche für eine gestrahlte Leicomelt-Probe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/1 h + 850 °C/2 h dargestellt. Der Anriss (s. roter Pfeil in Abbildung 42) entsteht an der Oberfläche des Prüfkörpers und breitet sich von dort aus. Außer des Dauerbruchverhaltens ist eine weitere Auffälligkeit auf der Bruchfläche zu sehen. Es ist ein Riss im Probeninneren zu erkennen (s. gelber Pfeil). Durch diesen Riss wurde eine Art Span von der Oberfläche abgehoben.

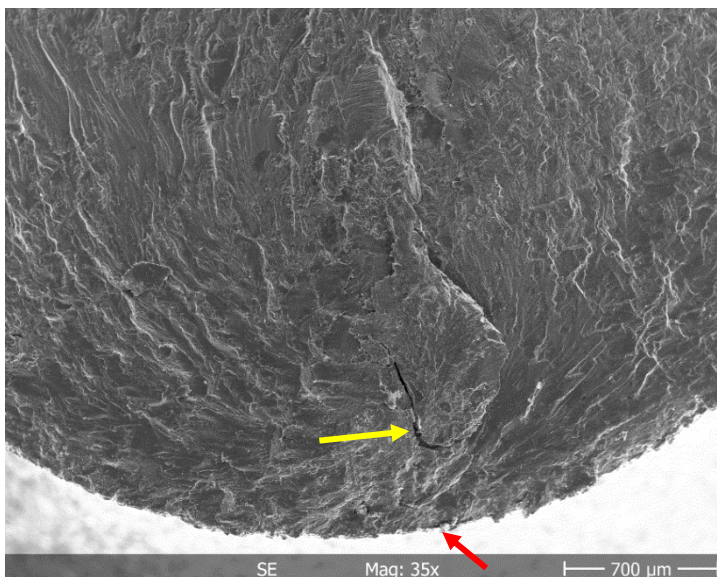


Abbildung 42: Beispielhafte Bruchfläche einer Leicomelt-SP Umlaufbiegeprobe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/1 h + 850 °C/2 h: Rissentstehung und Rissausbreitung

Anschließend wurde die Lebensdauer der wärmebehandelten SP Proben noch im korrosiven Medium getestet. Die ermittelten Wöhlerkurven sind in Abbildung 43

dargestellt. Zu Beginn ist auffällig, dass bei beiden Wärmebehandlungszuständen die Dauerfestigkeit bei 370 MPa erreicht wird. Im LCF-Bereich weichen die Messreihen der unterschiedlichen Wärmebehandlungszustände voneinander ab. Die Wöhlerkurve des WB-Nr. 12-Zustands liegt deutlich oberhalb der des WB-Nr. 13. Die erreichte Dauerfestigkeit stimmt mit den Werten der Proben des elektropolierten Lieferzustands im korrosiven Medium überein (s. Abbildung 36).

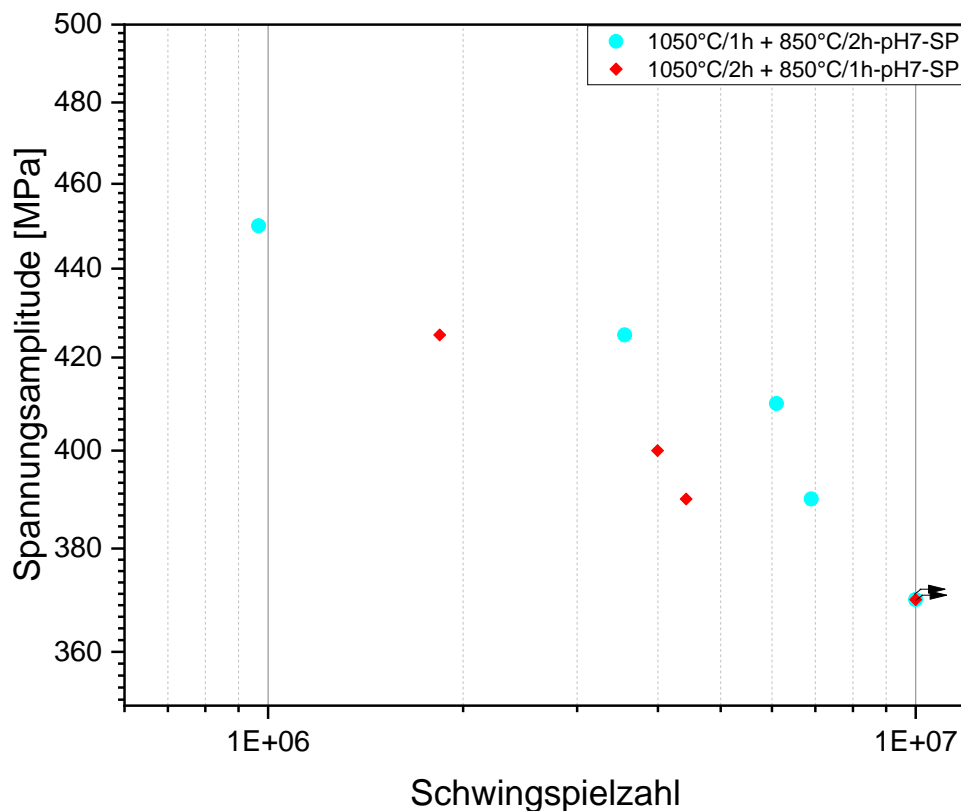


Abbildung 43: Vergleich der wärmebehandelten Leicomelt-Proben im SP-Zustand in korrosivem Medium. Türkis: 1050 °C/1 h + 850 °C/2 h (WB-Nr. 12); Rot: 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h (WB-Nr. 13)

Die Untersuchung der Bruchflächen ergab, dass sich bei Proben der WB-Nr. 13 (Abbildung 44) der Riss an der Oberfläche bildet (s. roter Pfeil in Abbildung 44). Der Dauerbruch wandert durch die Probe hindurch. Es hat sich mindestens noch ein weiterer Riss im Inneren der Probe (Sekundärriss) gebildet (s. gelber Pfeil in Abbildung 44). Dieser interne Riss hat sich dem Anschein nach an einer Korngrenze gebildet.

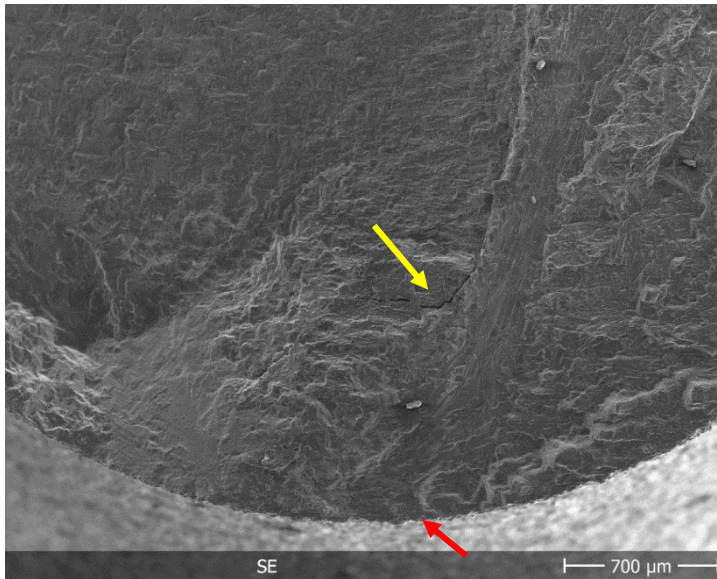


Abbildung 44: Beispielhafte Bruchfläche einer Leicomelt-SP Umlaufbiegeprobe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/2 h + 850 °C/1 h im korrosiven Medium: Rissentstehung und Rissausbreitung

Abbildung 45 zeigt die Bruchfläche für eine Probe der WB-Nr. 12. Der Ursprung des Risses ist wie auch bei den Proben der anderen Versuche an der Oberfläche (s. roter Pfeil in Abbildung 45). Im Gegensatz zu den Proben aus WB-Nr. 13 sind keine internen Sekundärrisse aufgetreten.

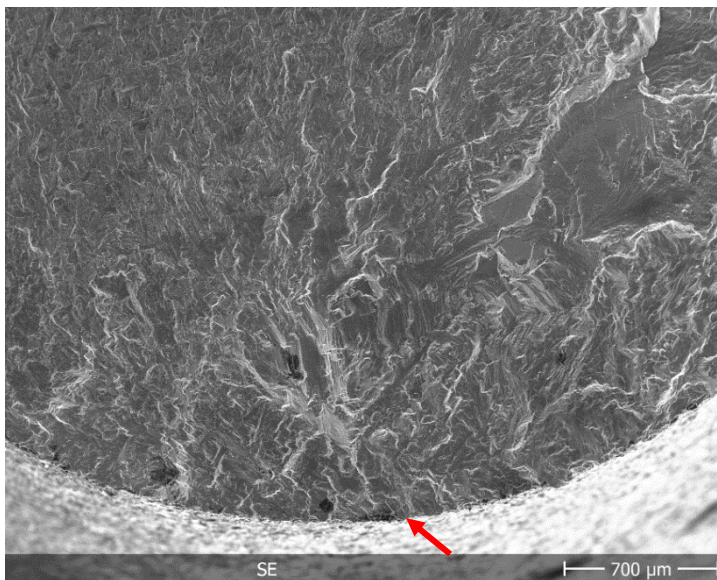


Abbildung 45: Beispielhafte Bruchfläche einer Leicomelt-SP Umlaufbiegeprobe mit der Wärmebehandlung 1050 °C/1 h + 850 °C/2 h im korrosiven Medium: Rissentstehung und Rissausbreitung

6.5.4 Vergleich der Umlaufbiegeversuche der LINN- und Leicomelt-Proben am as-received Zustand

Ein Vergleich der Versuchsergebnisse der Umlaufbiegeversuche der Proben aus den unterschiedlichen Herstellungsverfahren zeigt, dass sich die Schwingeigenschaften deutlich unterscheiden. In Abbildung 46 sind die gemittelten Wöhlerkurven für das jeweilige Material im Lieferzustand abgebildet. Die rote Kurve zeigt das Ergebnis der Leicomelt-Proben, die blaue das der LINN-Proben.

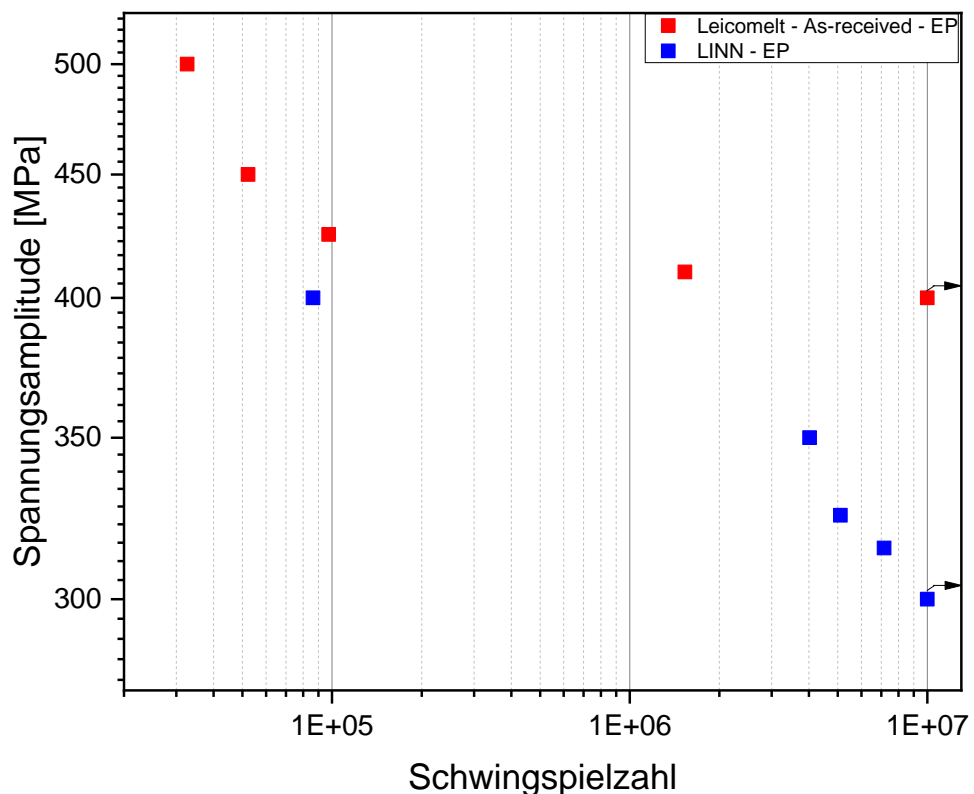


Abbildung 46: Vergleich der Dauerfestigkeiten der LINN- und Leicomelt-Proben am as-received Zustand: Rot markiert die Leicomelt-Proben, blau die LINN-Proben.

Die Dauerfestigkeit wird bei den Leicomelt-Proben bei 400 MPa erreicht, bei den LINN-Proben bei 300 MPa. Das Material aus dem Leicomelt-Verfahren kann auch im LCF-Bereich mehr Last ertragen als die LINN-Proben. Da für den Feinguss nach dem LINN- und Leicomelt-Verfahren dasselbe Ausgangsmaterial verwendet wurde, lässt sich der deutliche Unterschied der Dauerfestigkeitseigenschaften auf die

Yttrium-Einschlüsse in den LINN-Proben zurückführen. Diese Verunreinigung führt dazu, dass das Material spröde wird und die Eigenschaften eher auf eine Keramik hindeuten als auf ein Metall.

6.6 Korrosion

6.6.1 Korrosion an LINN-Proben

Wie in der Versuchsdurchführung (Kapitel 5.5) beschrieben, wurde zuerst dem freien Korrosionspotential Zeit gelassen, so dass sich dieses einstellen kann. In Abbildung 47 ist das Potential über die Zeit aufgetragen. Zu Beginn verändert sich das Potential stark. In diesem Bereich laufen Reaktionen an der Oberfläche ab. Nach ca. 4500 s flacht der Kurvenverlauf ab und weist eine leicht steigende Tendenz auf. Diese steigende Tendenz weist auf eine verbesserte Passivität mit der Zeit hin [47]. D.h. nach 2 h hatte sich das freie Korrosionspotential von -0,15 V für die LINN-Proben eingestellt und die Messung konnte gestartet werden. Nach 3600 s zeigt das Material keinen Unterschied zu dem Ti-6Al-4V, welches von Abou Shahba et al. [48] unter ähnlichen Bedingungen untersucht worden ist.

Durch Anlegen einer äußeren Gleichstromquelle wurden wie in Abbildung 48 beispielhaft dargestellt Stromdichte-Potential-Kurven aufgenommen. Mit Hilfe des Programms CView (Firma: Scribner Associates, Inc.) wurden die aufgenommenen Stromdichte-Potential-Kurven mit Tafelgeraden gefittet. Auf diese Weise konnten die Korrosionsstromdichte und das Korrosionspotential bestimmt werden.

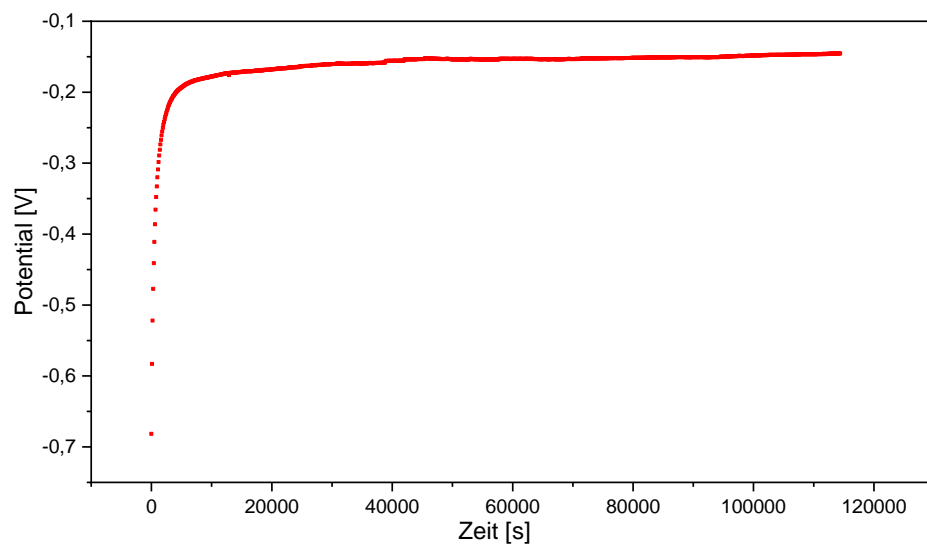


Abbildung 47: Das Potential als Funktion der Zeit einer LINN-Probe in 0,9% NaCl bei pH 7 und 37 °C

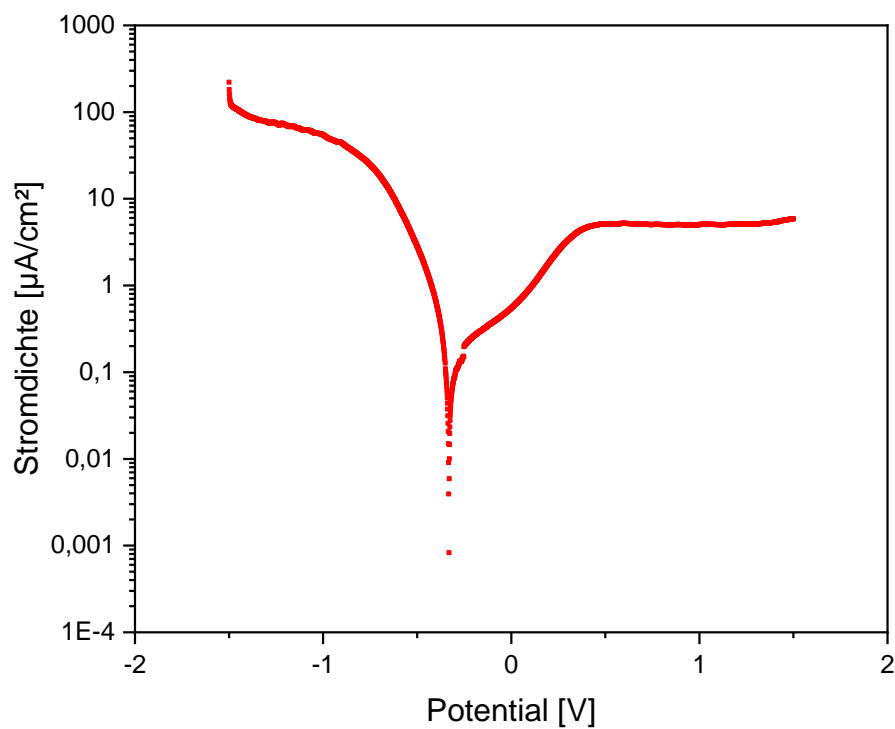


Abbildung 48: Beispiel für Stromdichte-Potential-Kurve für eine LINN-Probe in 0,9% NaCl bei 37 °C und pH 7

In Abbildung 49 sind die Korrosionsstromdichte i_{korr} und das Korrosionspotential E_{korr} in Abhängigkeit von pH-Wert und Temperatur des Elektrolyten aufgezeigt. Die

Korrosionsstromdichte ist wie in den Grundlagen beschrieben ein Maß für die Korrosionsgeschwindigkeit. D.h. je geringer i_{korr} , desto höher ist der Widerstand eines Materials gegen Korrosion. Den höchsten Widerstand gegen Korrosion mit i_{korr} von $0,10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ weist das im LINN-Prozess gegossene Material in dem Elektrolyten mit pH 7 und 37°C auf, allerdings zeigt die Korrosionsstromdichte keinen signifikanten Unterschied bei einem Elektrolyten mit pH 5 und 37°C , dort liegt i_{korr} bei $0,13 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. In 0,9% NaCl mit pH 5 und pH 6 bei 40°C ist die Korrosionsstromdichte fast doppelt so hoch wie im Elektrolyten mit pH 7 und 37°C . Das korrosivste Verhalten zeigt das Material bei einem Elektrolyten mit pH 6 bei 37°C . Dort liegt die Korrosionsstromdichte bei $0,3 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Die angegebenen Korrosionspotentiale E_{korr} geben zusammen mit der Korrosionsstromdichte die Schnittpunkte der Tafelgeraden an.

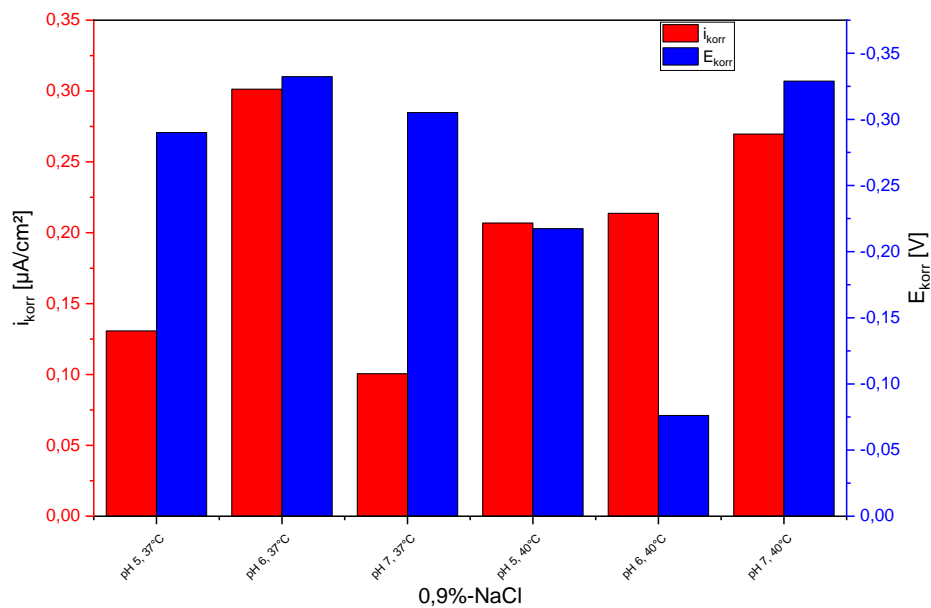


Abbildung 49: Die Korrosionsstromdichte i_{korr} und das Korrosionspotential E_{korr} in Abhängigkeit von pH-Wert und Temperatur des Elektrolyten bei LINN-Proben im as-received Zustand

Der Zusammenhang zwischen Korrosionsstromdichte i_{korr} und der Korrosionsrate ist in Abbildung 50 zu sehen. Die Korrosionsrate ist eine andere Form, um den Widerstand gegen Korrosion anzugeben. Über die Formel (5) lässt sich die Korrosionsrate berechnen. Brunat et al. [24] haben das Äquivalentgewicht von Ti-

6Al-4V nach Formel (6) zu 11,90 g bestimmt. Die Dichte von Ti-6Al-4V liegt bei 4,43 g/cm³. Die errechnete Korrosionsrate zeigt, dass der korrosive Abtrag bei 0,001 mm/a für das Material im Elektrolyten bei pH 7 und 37 °C liegt. Den höchsten korrosiven Angriff erfährt das Material in 0,9% NaCl mit pH 6 und 37 °C, dort wird 0,0275 mm/a von der Materialdicke abgetragen.

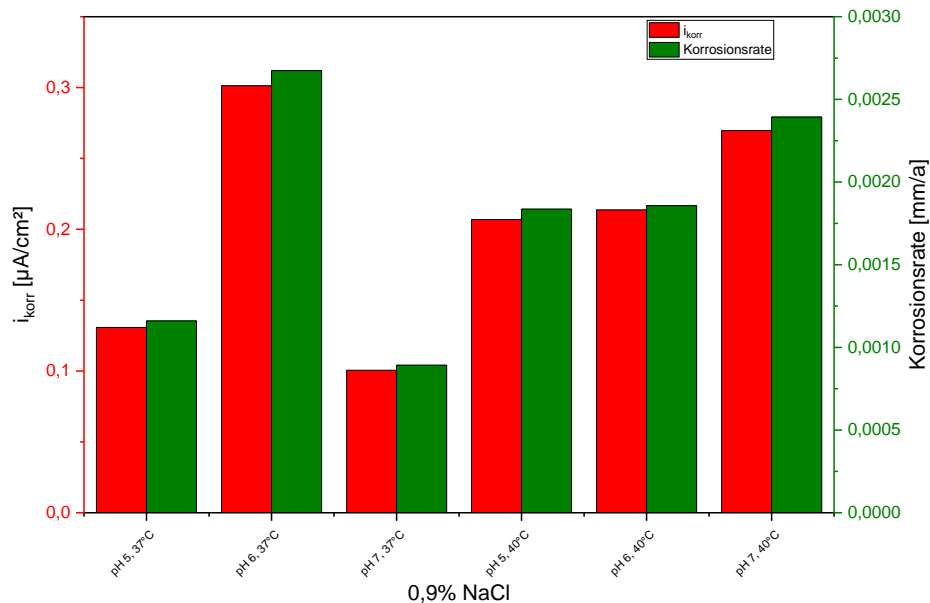


Abbildung 50: Die Korrosionsstromdichte i_{korr} und die Korrosionsrate in Abhängigkeit von pH-Wert und Temperatur des Elektrolyten bei LINN-Proben im as-received Zustand

An der Ti-6Al-4V-Oberfläche bildet sich eine stabile Oxidschicht, die für die guten korrosiven Eigenschaften verantwortlich ist. Die Dicke der Oxidschicht spielt dabei eine wichtige Rolle. Die Oxidschicht ist nichtleitend, so dass es zu keinem Elektronenaustausch mit dem umgebenden Gewebe kommt. Das Implantat wird dadurch und durch eine ähnliche Dielektrizitätskonstante wie Wasser vom umgebenden Gewebe nicht als Fremdkörper angesehen. Diese Phänomene liegen der guten Biokompatibilität zu Grunde. [8, pp. 431-439]

6.6.2 Korrosion an Leicomelt-Proben

6.6.2.1 Korrosion an as-received Proben

Das freie Korrosionspotential bei Leicomelt-Proben im as-received Zustand weist einen ähnlichen zeitlichen Potentialverlauf auf wie das Ti-6Al-4V aus dem LINN-

Prozess. Während der ersten 3600 s, die das Material dem Elektrolyten ausgesetzt ist, steigt das Potential rapide an. Anschließend läuft es in ein Plateau, weist aber noch einen leichten Anstieg aus. Atapour et al. [47] sagen aus, dass dieser leichte Anstieg des freien Korrosionspotentials mit der Zeit ein Beweis für eine sich verbessernde Passivität des Materials ist. Das freie Korrosionspotential liegt nach 90.000 s (25 h) bei -0,15 V. Dieser Wert stimmt mit dem Open-Circuit-Potential des LINN-Materials überein.

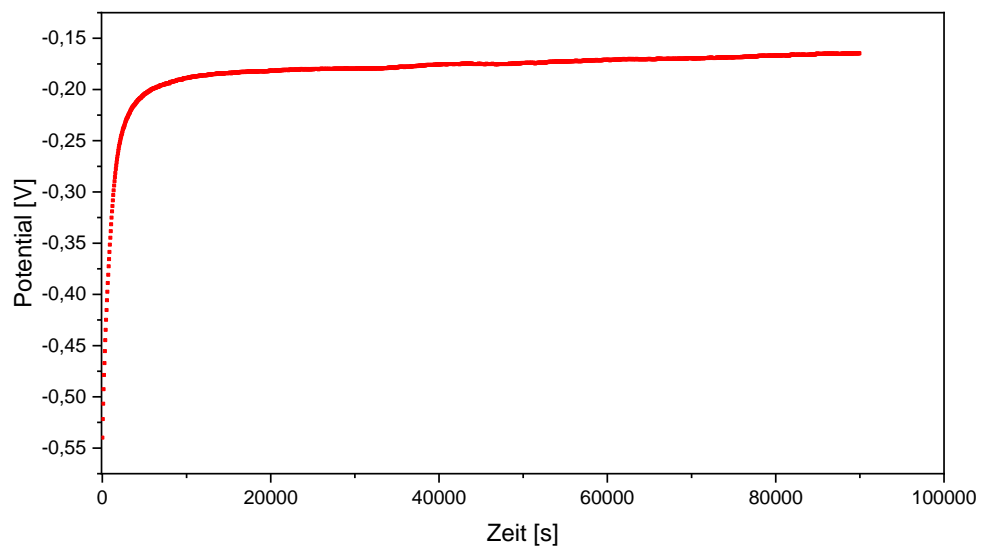


Abbildung 51: Änderung des Potentials in Abhängigkeit der Zeit für eine Leicomelt-Probe im as-received Zustand

Durch das Anlegen eines Gleichstroms wurden Stromdichte-Potential-Kurven für das Material des Leicomelt-Prozesses im Lieferzustand aufgenommen. Eine beispielhafte Kurve für den i-E-Verlauf ist in Abbildung 52 dargestellt. Diese Kurven wurden wie schon zuvor beschrieben mit Tafelgeraden gefittet, um die Korrosionsstromdichte und das Korrosionspotential zu bestimmen. Die Ergebnisse auf den Tafelgeraden sind in Abbildung 53 in Abhängigkeit des Elektrolyten dargestellt.

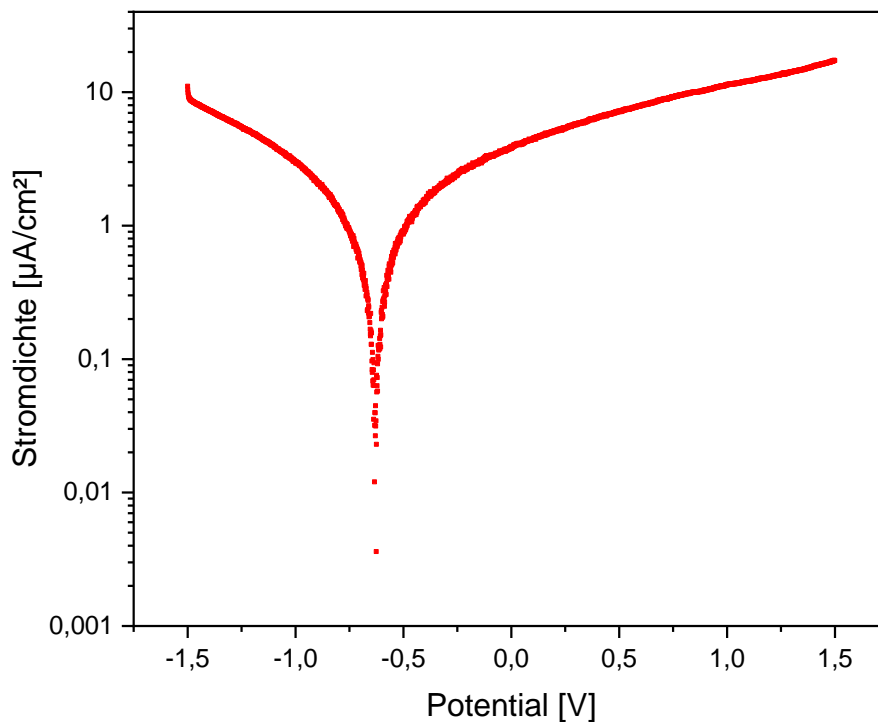


Abbildung 52: Beispiel für Stromdichte-Potential-Kurve für eine Leicomelt-Probe im as-received Zustand in 0,9% NaCl bei 37 °C und pH 6

Die geringste Korrosionsstromdichte mit $0,387 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ zeigt das im Leicomelt-Prozess gegossene Ti-6Al-4V im as-received Zustand in 0,9% NaCl bei pH 7 und 37 °C. Ähnlich geringe Korrosionsstromdichten zeigt das Material bei einer Elektrolyttemperatur von 40 °C bei pH 6 und pH 7 mit i_{korr} von $0,609 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ und $0,652 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Die Korrosionsstromdichte bei 0,9% NaCl mit pH 6 und 37 °C ist zu $0,531 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ bestimmt. Liegt der pH-Wert der NaCl-Lösung bei 5, so ist ein signifikanter Anstieg der Korrosionsstromdichte zu messen. Bei pH-5 und 37 °C wurde eine Korrosionsstromdichte von $5,768 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ aufgenommen, steigt die Temperatur auf 40 °C, so sinkt die Korrosionsstromdichte auf $1,951 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

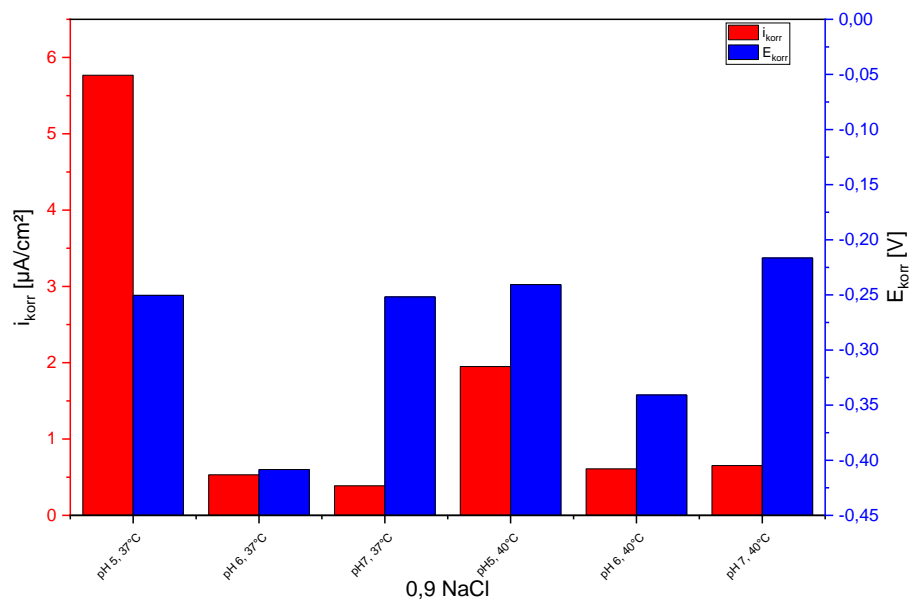


Abbildung 53: Der Korrosionsstromdichte i_{korr} und das Korrosionspotential E_{korr} in Abhängigkeit von pH-Wert und Temperatur des Elektrolyten bei elektropolierten Leicomelt-Proben im as-received Zustand

Die Korrosionsrate und die Korrosionsstromdichte sind in Abbildung 54 in Abhängigkeit des Elektrolyten dargestellt. Die Korrosionsrate wurde über Formel (5) berechnet. Das Äquivalentgewicht betrug wie von Brunat et al. [24] berichtet 11,90 g, die Dichte von Ti-6Al-4V liegt bei 4,43 g/cm². Analog zu der Korrosionsstromdichte zeigt der Zustand mit dem geringsten i_{korr} die geringste Korrosionsrate. Bei der 0,9% NaCl-Lösung mit pH 7 und 37 °C liegt die Korrosionsrate bei 0,003 mm/a. Die höchste Korrosionsrate tritt bei pH 5 und 37 °C auf. In der 0,9% NaCl-Lösung mit diesen Parametern werden 0,051 mm/a abgetragen. Bei der Elektrolytlösung mit pH 6 und 37 °C ist die Korrosionsrate nicht signifikant höher als beim Elektrolyten mit derselben Temperatur mit pH 7. Verschiebt sich der pH-Wert allerdings weiter in das Saure, so kommt es zu einem signifikanten Anstieg der Korrosionsrate. Der korrosive Angriff des Materials ist bei diesen Parametern signifikant höher als bei dem Material, welches denselben Elektrolyten bei anderen pH-Werten und Temperaturen ausgesetzt war.

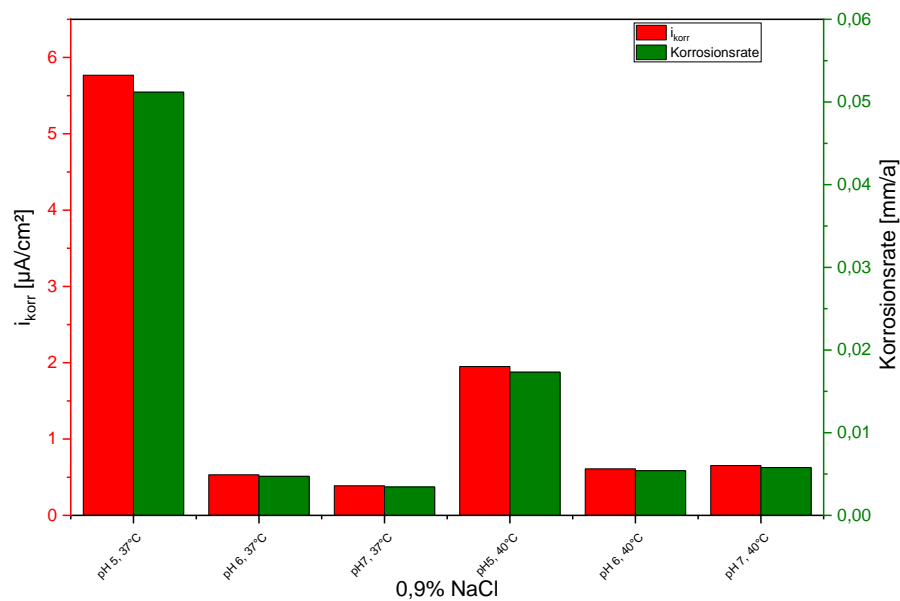


Abbildung 54: Die Korrosionsstromdichte i_{korr} und die Korrosionsrate in Abhängigkeit des pH-Wertes und der Temperatur von 0,9% NaCl von wärmebehandelten Ti-6Al-4V Leicomelt-Proben im as-received Zustand

6.6.2.2 Korrosion an wärmebehandelten Proben (WB Nr. 12)

In Abbildung 55 ist der Potentialverlauf über die Zeit ohne von außen angelegte Fremdspannung aufgetragen. Innerhalb der ersten 5.000 s kommt es zu einem drastischen Potentialanstieg. Anschließend steigt das Potential mit der Zeit, bis 175.000 s erreicht sind, nicht mehr so stark an. Wird das Material noch länger dem Elektrolyten ausgesetzt, steigt das Potential weiter, bis es nach 259.100 s einen Maximalwert von 0,13 V erreicht. Nach dieser Zeitspanne wurde die Messung zur Bestimmung des freien Korrosionspotential angehalten, so wie es in ISO 16429 [34] gefordert wird. Der Anstieg des Potentials mit der Zeit deutet auf eine Verbesserung der Passivität mit der Zeit hin [47]. Aus den gemessenen Stromdichte-Potential-Kurven für das wärmebehandelte Leicomelt-Material (WB-Nr.12) konnten die Korrosionsstromdichte i_{korr} und das Korrosionspotential E_{korr} durch Fitten mit Tafelgeraden bestimmt werden.

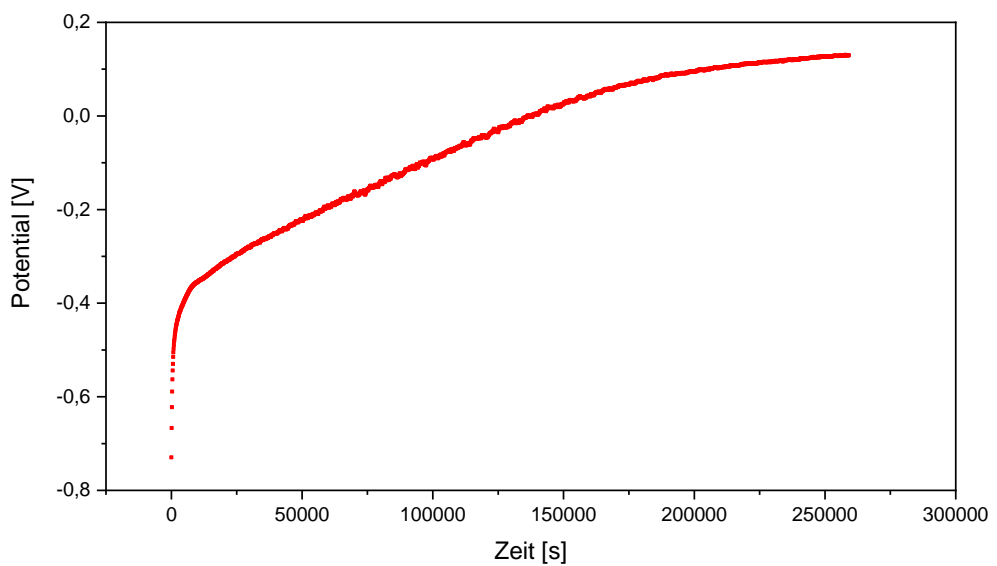


Abbildung 55: Änderung des Potentials in Abhängigkeit der Zeit für eine Leicomelt-Probe im Zustand WB-Nr. 12

In Abbildung 56 ist eine beispielhafte i-E-Kurve bei 0,9% NaCl mit pH 5 und 37 °C abgebildet. Die Ergebnisse für i_{Korr} und E_{Korr} in Abhängigkeit von Temperatur und pH-Wert sind in Abbildung 57 gezeigt. Die Korrosionsstromdichten im Elektrolyten von pH 7 liegen für beide Temperaturen auf einem ähnlichen Level. Bei 37 °C wurde ein i_{Korr} von 0,025 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ gemessen, bei 40 °C ist der ermittelte i_{Korr} 0,022 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Durch ein Senken des pH-Werts auf 5 steigt der Korrosionsstrom unabhängig der Temperatur an. In 0,9% NaCl mit pH 5 und 37 °C wurde i_{Korr} von 0,070 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ gemessen, bei pH 5 und 40 °C von 0,071 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Somit ist die Korrosionsstromdichte bei pH 5 der 0,9% NaCl-Lösung wesentlich höher als bei gleicher Konzentration der Lösung bei pH 7. Wird der pH-Wert des Elektrolyten auf pH 6 bei 37 °C eingestellt, so sinkt der Widerstand gegen Korrosion weiter, die Korrosionsstromdichte steigt auf 0,164 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Bei einer Elektrolyttemperatur von 40 °C liegt die Korrosionsstromdichte sowohl bei pH 5 als auch bei pH 6 bei 0,075 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Das Korrosionspotential ist für alle Proben der WB-Nr. 12 unabhängig von den Elektrolytparametern stabil bei Werten zwischen -0,24 V und -0,28 V.

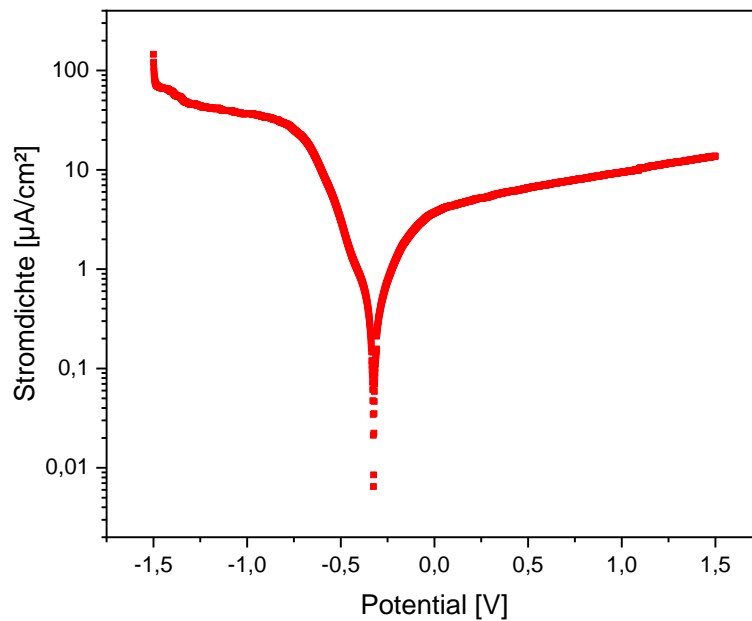


Abbildung 56: Beispiel für Stromdichte-Potential-Kurve für eine Leicomelt-Probe im WB-Nr. 12 Zustand in 0,9% NaCl bei 37 °C und pH 5

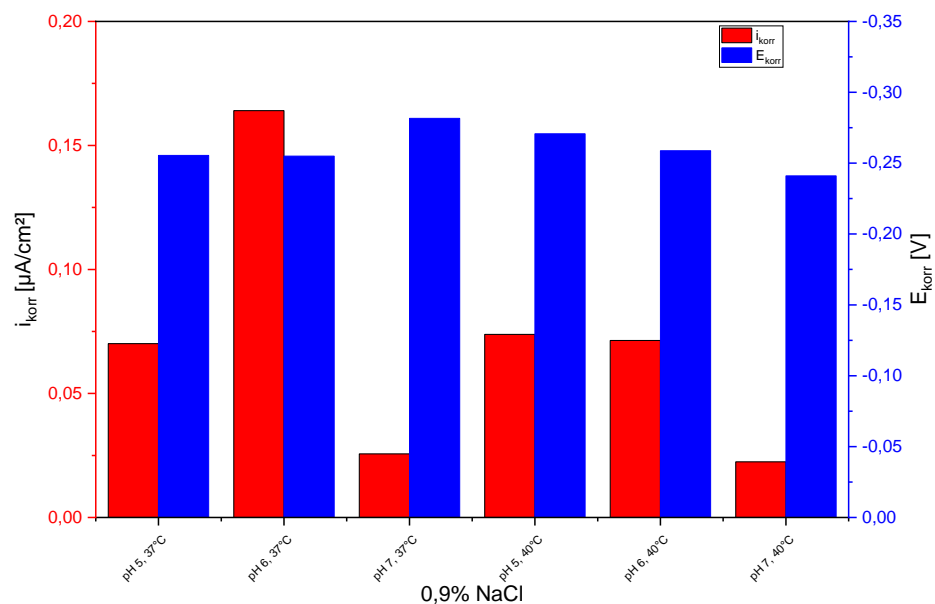


Abbildung 57: Der Korrosionsstrom i_{korr} in Abhängigkeit von pH-Wert und Temperatur des Elektrolyten bei elektropolierten Leicomelt-Proben mit der Wärmebehandlung WB-Nr. 12

Atapour et al. [47] haben in ihrer Studie über das korrosive Verhalten vom wärmebehandelten umgeformten Ti-6Al-4V eine Korrosionsstromdichte von

0,062 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ in 0,9% NaCl bei 37 °C gemessen. Es wird allerdings keine Aussage über den pH-Wert getroffen. Damit zeigt das schleudergegossene Material einen höheren Widerstand gegen Korrosion als das von Atapour et al. untersuchte [47].

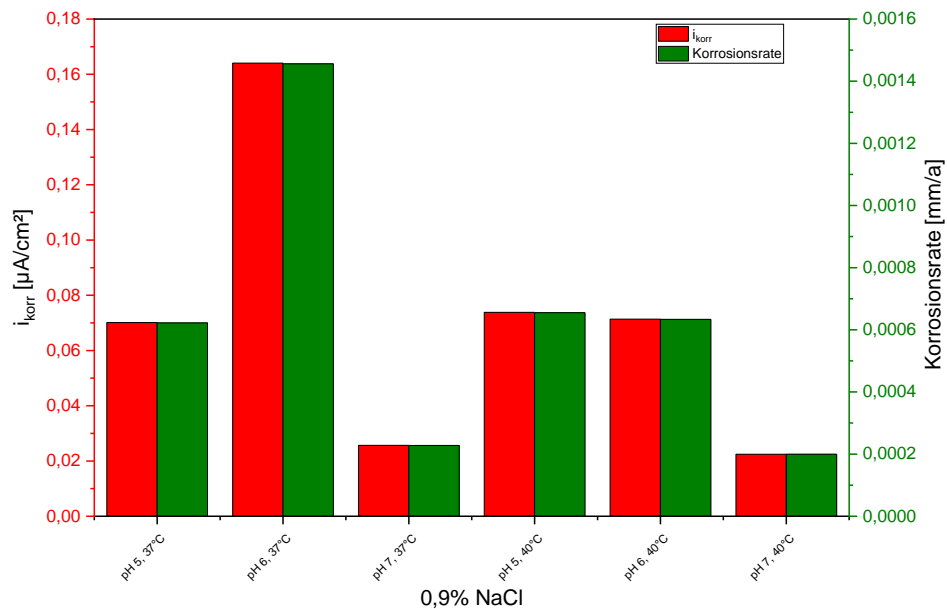


Abbildung 58: Die Korrosionsstromdichte i_{korr} und die Korrosionsrate in Abhängigkeit des pH-Wertes und der Temperatur von 0,9% NaCl von wärmebehandelten Ti-6Al-4V Leicomelt-Proben im Zustand WB-Nr. 12

In Abbildung 58 sind für die nach WB-Nr. 12 behandelten Leicomelt-Proben die Korrosionsstromdichte und die Korrosionsrate gegen den pH-Wert und die Temperatur des Elektrolyten aufgetragen. Ist das Ti-6Al-4V 0,9% NaCl mit pH 7 ausgesetzt, liegt die Korrosionsrate unabhängig der Temperatur bei 0,0002 mm/a. Sinkt der pH-Wert der NaCl-Lösung, so steigt die Korrosionsrate. Bei 40 °C liegt die Korrosionsrate sowohl bei pH 5 als auch bei pH 6 bei 0,006 mm/a. Derselbe Wert wurde auch für das Material bei pH 5 und 37 °C ermittelt. Hat der Elektrolyt den pH-Wert 6 und ist 37 °C warm, zeigt das nach WB-Nr. 12 wärmebehandelte Material die höchste Korrosionsrate mit 0,0014 mm/a und ist bei diesen Umgebungsbedingungen am anfälligsten gegenüber Korrosion.

6.6.2.3 Korrosion an wärmebehandelten Proben (WB-Nr. 13)

Das Open-Circuit-Potential der Leicomelt-Proben mit der Wärmebehandlung WB-Nr. 13 ist in Abbildung 59 abgebildet. Wie schon bei der Leicomelt-Probe im as-

received Zustand steigt das Potential innerhalb der ersten 3.600 s schnell an und läuft dann in ein Plateau mit leicht steigender Tendenz ein. Das freie Korrosionspotential stellt sich bei -0,15 V ein, und ist somit vergleichbar mit den freien Korrosionspotentialen der LINN- und der Leicomelt-Proben in as-received Zustand.

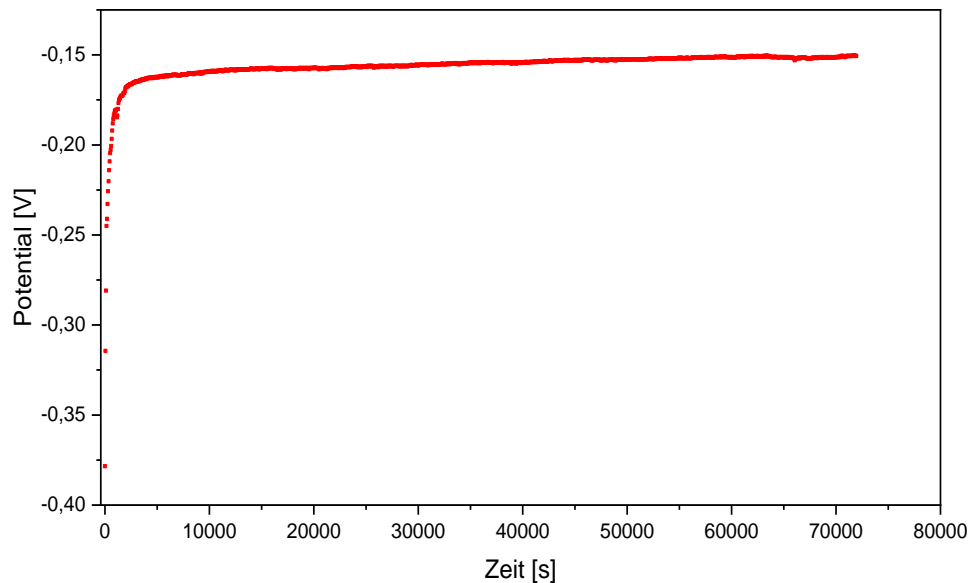


Abbildung 59: Änderung des Potentials in Abhängigkeit der Zeit für eine Leicomelt-Probe im Zustand WB-Nr. 13

Nachdem sich das freie Korrosionspotential eingestellt hatte, wurden durch Anlegen eines äußeren Potentials Stromdichte-Potential-Kurven ermittelt (vgl. Abbildung 60) und diese mit Tafelgeraden gefittet, um das Korrosionspotential und die Korrosionsstromdichte zu ermitteln. Die Mittelwerte der Ergebnisse dieser Fits sind in Abbildung 61 in Abhängigkeit der 0,9% NaCl-Lösung mit unterschiedlichen pH-Werten und Temperaturen aufgezeigt. Werden die Korrosionsstromdichten bei 37 °C betrachtet, so ist eine deutliche Abhängigkeit vom pH-Wert zu erkennen. Den niedrigsten i_{korr} weist das Ti-6Al-4V bei pH 5 auf. Steigt der pH-Wert, so steigt auch das Korrosionspotential. Bei einer Elektrolyttemperatur ist dieser Zusammenhang zwischen pH-Wert und Korrosionsstromdichte nicht zu erkennen. Bei pH 5 und 6 liegen die Korrosionsstromdichten um das 9,5-Fache bzw. 3,3-Fache höher als bei den gleichen pH-Werten bei 37 °C. Befindet sich der pH-Wert bei 7, so ist keine

Abhängigkeit der Korrosionsstromdichte von der Temperatur der NaCl-Lösung ersichtlich.

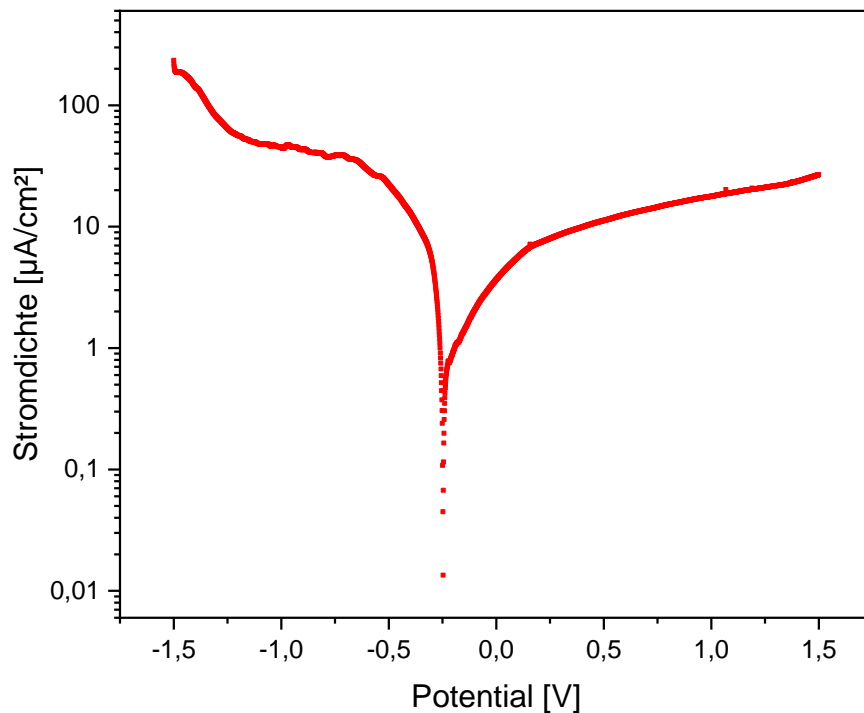


Abbildung 60: Beispiel für Stromdichte-Potential-Kurve für eine Leicomelt-Probe im WB-Nr. 13 Zustand in 0,9% NaCl bei 40 °C und pH 5

Für das Korrosionspotential lässt sich eine Temperaturabhängigkeit für das schleudergegossene Ti-6Al-4V aus dem Leicomelt-Verfahren mit der Wärmebehandlung WB-Nr. 13 bei steigendem pH-Wert des Elektrolyten herauslesen. Steigt der pH-Wert der 0,9% NaCl-Lösung, so steigt auch das Korrosionspotential an. Dieser Trend ist für die Korrosionsversuche bei einer Elektrolyttemperatur von 37 °C und 40 °C zu erkennen. Wird die Korrosionsrate betrachtet, so ist abzulesen, dass die Korrosionsrate in der NaCl-Lösung mit pH 5 und pH 6 stark von der Temperatur beeinflusst wird. Steigt die Elektrolyttemperatur von 37 °C auf 40 °C, so ist die Korrosionsrate 8,5-fach höher bei pH 5, bei pH 6 um das 4-Fache.

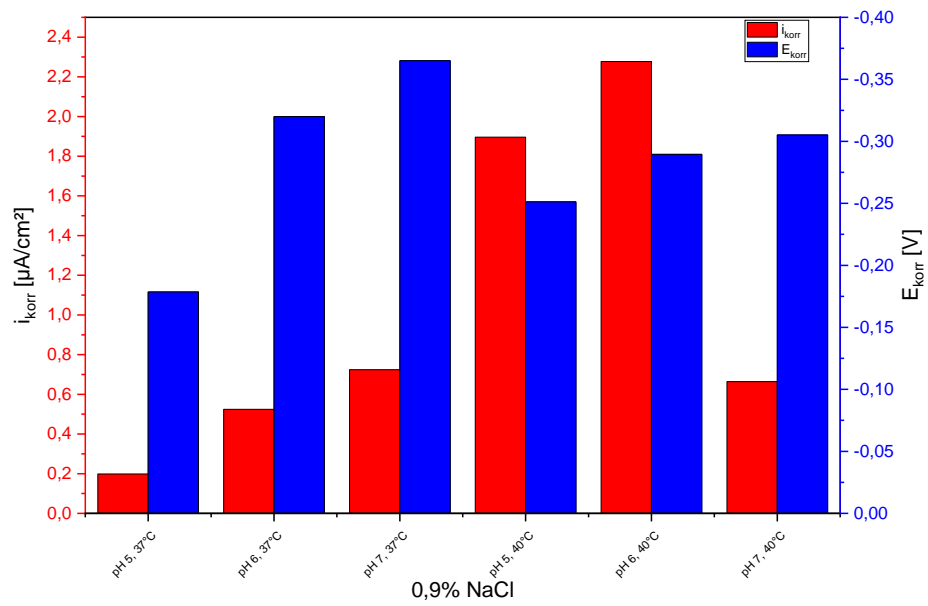


Abbildung 61: Die Korrosionsstromdichte i_{korr} und das Korrosionspotential E_{korr} in Abhängigkeit von pH-Wert und Temperatur des Elektrolyten bei elektropolierten Leicomelt-Proben mit der Wärmebehandlung WB-Nr. 13

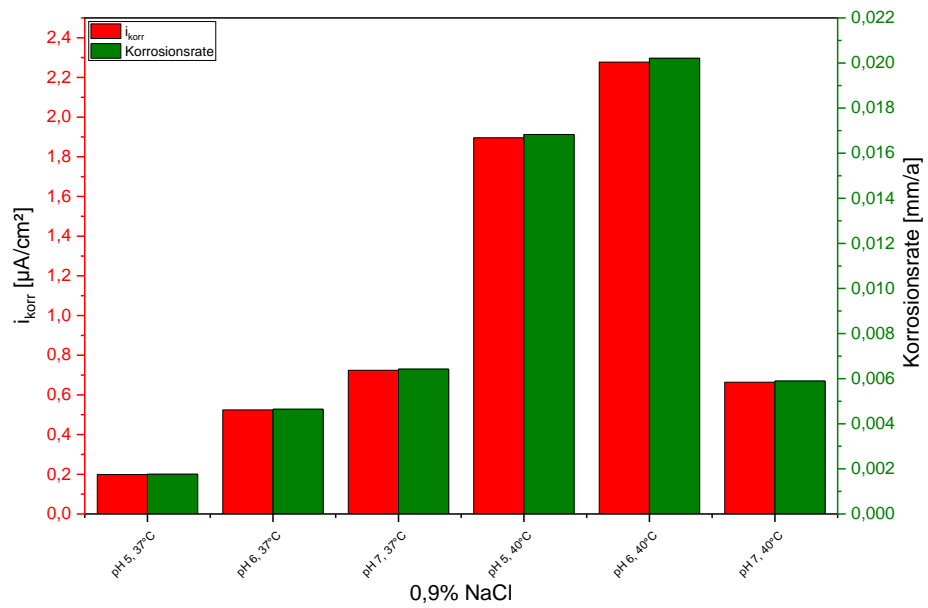


Abbildung 62: Die Korrosionsstromdichte i_{korr} und die Korrosionsrate in Abhängigkeit des pH-Wertes und der Temperatur von 0,9% NaCl von wärmebehandelten Ti-6Al-4V Leicomelt-Proben im Zustand WB-Nr. 13

6.6.2.4 Vergleich der Korrosionseigenschaften der Leicomelt-Proben in as-received und wärmebehandelten Zuständen

Das freie Korrosionspotential beim as-received- und beim wärmebehandelten WB-Nr. 13-Zustand verhält sich analog. Es stellt sich nach 5.000 s ein Potential von -1,5 V ein. Allerdings steigt das Potential mit der Zeit weiterhin leicht an. Das freie Korrosionspotential des WB-Nr. 12 zeigt ein anderes Verhalten. Mit Fortschreiten der Zeit steigt das Potential vom negativen in den positiven Bereich und stellt sich zu 0,1 V ein. Es kann davon ausgegangen werden, dass das Potential mit der Zeit weiter steigen würde. Das Ansteigen des Potentials mit der Zeit ist ein Hinweis auf das Passivieren der Werkstoffoberfläche [47]. Das Verhalten des freien Korrosionspotentials spiegelt sich bei den Ergebnissen der Korrosionsstromdichte und der Korrosionsrate wider. Das Material mit der Wärmebehandlung WB-Nr. 12 hat von den drei untersuchten Zuständen des Leicomelt-Materials den höchsten Widerstand gegen Korrosion, was sich in den niedrigsten Werten für die Korrosionsstromdichte und Korrosionsrate zeigt. Das Ti-6Al-4V hat sowohl im as-received Zustand als auch im WB-Nr. 12-Zustand das beste Korrosionsverhalten beim NaCl-Elektrolyten mit pH 7 und 37 °C. Dieses Ergebnis ist wichtig, da dies den Bedingungen im menschlichen Körper entspricht. Direkt nach der Implantation kann der pH-Wert im verletzten Gewebe kurzzeitig absinken, da sich der pH-Wert aber schnell wieder normalisiert, sollte eine kurzzeitig höhere Korrosionsrate keinen signifikanten Einfluss haben.

6.6.3 Vergleich der Korrosionsergebnisse aus den LINN- und Leicomelt-Gussverfahren

Bei den unterschiedlichen Gussverfahren zeigt sich, dass nicht nur die mechanischen Eigenschaften des Materials, sondern auch die elektrochemischen durch den Herstellungsprozess beeinflusst werden. Die Korrosionsversuche zeigen, dass die korrosiven Eigenschaften des Ti-6Al-4V durch den Gießprozess gelenkt werden. Ein Vergleich der Korrosionsstromdichten der Lieferzustände der LINN- und Leicomelt-Proben zeigt, dass das im LINN-Prozess vergossene Ti-6Al-4V einen höheren Widerstand gegen Korrosion hat als das Material aus dem Leicomelt-

Prozess. Die Wärmebehandlung WB-Nr. 12 der Leicomelt-Proben verbessert die Korrosionseigenschaften. Nach der WB-Nr. 12 weist die Titan-Legierung des Leicomelt-Prozesses unabhängig von der Temperatur und dem pH-Wert der 0,9% NaCl-Lösung geringere Korrosionsstromdichten als die LINN-Proben auf. Die Korrosionsrate bei pH 7 und 37 °C, also den im Körper vorherrschenden Bedingungen, liegt bei der WB-Nr. 12 Leicomelt-Probe bei 0,2 µm/a.

7 Zusammenfassung

Die von der Firma Access e.V. gelieferten schleudergegossenen Ti-6Al-4V-Proben wurden hinsichtlich ihrer metallografischen, mechanischen und korrosiven Eigenschaften untersucht. Die Ergebnisse lassen Rückschlüsse hinsichtlich der Eignung der Gussverfahren für die Herstellung von gegossenen Knieprothesen zu.

7.1 LINN-Verfahren

Die metallografischen Untersuchungen an dem Material aus dem LINN-Prozess haben gezeigt, dass sich durch das Aufschmelzen der Titan-Legierung in einem Yttriumoxid-Tiegel Partikel aus diesem gelöst haben und in das Material gewandert sind. Diese Y-Partikel bewirken eine Kornfeinung. Die Partikel lagern sich größtenteils an den Korngrenzen an. Die Verunreinigung im Ti-6Al-4V bewirkt eine Reduktion der Duktilität. Die im Zugversuch ermittelten mechanischen Kennwerte zeigen eine Versprödung des Materials. Mit 1,1% Bruchdehnung weist das Material Brucheigenschaften einer Keramik auf. Die Untersuchung der Bruchflächen der Zugversuchsproben hat gezeigt, dass sich der Bruch entlang der Y-Einschlüsse ausbreitet. Die mechanischen Eigenschaften der LINN-Proben liegen deutlich unter den Soll-Werten, die in der Norm ASTM F1108-04 [1] gefordert werden. Zusätzlich wurde das Material aus dem LINN-Prozess noch im Umlaufbiegeversuch auf seine Dauerschwingeeigenschaften getestet. Im elektropolierten Zustand wird die Dauerfestigkeit bei 300 MPa erreicht. Durch Kugelstrahlen der Oberfläche kann die ertragbare Spannung für die Dauerfestigkeit auf 325 MPa gesteigert werden. Korrosionsversuche an dem Material in korrosivem Umgebungsmedium (0,9% NaCl) beweisen, dass das Ti-6Al-4V trotz der Y-Einschlüsse noch einen guten Widerstand hat. Die potentiodynamischen Korrosionsversuche zeigen, dass das LINN-Material unabhängig von pH-Wert und Temperatur des NaCl-Elektrolyten einen hohen Widerstand gegen Korrosion hat.

7.2 Leicomelt-Verfahren

Das im zweiten Gussverfahren, dem Leicomelt-Verfahren, gegossene Material wurde analog zu dem Material aus dem LINN-Verfahren analysiert. Die

metallografische Untersuchung hat gezeigt, dass das Ti-6Al-4V aus dem Leicomelt-Prozess sehr grobkörnig ist. Dadurch, dass das Material unter Vakuum gegossen und abgekühlt wurde, kühlt das Material nach dem Gießen sehr langsam ab und die Körner haben Zeit zu wachsen. Diese Grobkörnigkeit kann durch Wärmebehandlung nicht verringert werden, sondern nur die Lamellendicke. Eine Prüfung der mechanischen Eigenschaften im Zugversuch zeigt, dass im Lieferzustand (as-received) noch nicht die geforderten Festigkeitskennwerte erreicht werden (vgl. [1]), allerdings die geforderte Bruchdehnung. Durch eine geeignete Wärmebehandlung können die Soll-Festigkeitswerte (vgl. [1]) erreicht werden. Von den durchgeführten Wärmebehandlungen haben zwei zu den gewünschten Festigkeiten geführt; WB-Nr. 12 (1050 °C/1 h + 850 °C/2 h) und WB-Nr. 13 (1050 °C/2 h + 850 °C/1 h), wobei jeweils im Vakuum geglüht und in einer Argon-Atmosphäre abgekühlt wurde. Durch diese Wärmebehandlungen hat sich allerdings die Duktilität des Materials verschlechtert und die Bruchdehnung liegt nach der Wärmebehandlung unterhalb der in der Norm [1] geforderten. Da sich das gegossene Ti-6Al-4V im Einsatz als Knieprothese nicht plastisch verformen soll, sondern die maximale Belastung während eines Schrittes unterhalb der Streckgrenze liegt, kann die Bruchdehnung außen vor gelassen werden. Die Wärmebehandlung musste in Vakuum bzw. Schutzgas durchgeführt werden, da sich nach ASTM F1108-04 [1] an der Materialoberfläche keine α -case Schicht bilden darf. Die mechanischen Eigenschaften der WB-Nr. 12 stimmen besser mit den Soll-Werten der Norm [1] überein. Die geforderten Festigkeitswerte werden erreicht bzw. sogar übertroffen und die Bruchdehnung liegt mit $6,9 \pm 0,5\%$ knapp unter den geforderten 8% der ASTM F-1108-04 [1]. Die WB-Nr. 13 der Leicomelt-Proben führt zu einer signifikanten Reduzierung der Bruchdehnung auf $4,4 \pm 1,0\%$. Ergebnisse der Umlaufbiegeversuche beweisen, dass die durchgeführte Wärmebehandlung keinen Einfluss auf das Dauerschwingverhalten der elektropolierten Ti-6Al-4V Proben aus dem Leicomelt-Verfahren hat. Die Dauerfestigkeit wird bei 400 MPa erreicht. Durch Kugelstrahlen der Oberfläche verringert sich die Dauerfestigkeit in Normalatmosphäre nicht signifikant auf 380 MPa bzw. 390 MPa für die WB-Nr. 12 und WB-Nr. 13. Eine Prüfung der Lebensdauer in korrosivem Medium (0,9% NaCl-Lösung) zeigt, dass die Werte der Dauerfestigkeit für die kugelgestrahlten

wärmebehandelten Proben im Vergleich zu denen aus der Normalatmosphäre sinken, allerdings nicht signifikant. Die Wärmebehandlung WB-Nr. 12 der Leicomelt-Proben bewirkt eine signifikante Verbesserung des Widerstands gegen Korrosion und führt somit auch zu einer Verringerung der Korrosionsrate im Vergleich zu den Leicomelt-Proben im as-received Zustand. Die besten Korrosionseigenschaften weist das Leicomelt-Material im WB-Nr. 12 Zustand bei 0,9% NaCl mit pH 7 und 37 °C auf. Die Wärmebehandlung WB-Nr. 13 führt hingegen zu einer Verschlechterung des Korrosionsverhaltens.

8 Fazit

Das Gussverfahren nach LINN eignet sich nicht für die Herstellung von Knieprothesen aus Ti-6Al-4V. Durch die im Material zu findenden Verunreinigungen, die während des Gießprozesses durch das Aufschmelzen in einem Yttriumoxid-Tiegel in die Titanschmelze eingebracht werden, verschlechtern sich die mechanischen Eigenschaften. Die Y-Partikel bewirken, dass die Ti-6Al-4V Legierung versprödet. Die Kontamination der Ti-Legierung und die nicht normgerechten mechanischen Eigenschaften disqualifizieren den LINN-Prozess als Route für die Herstellung von Knieprothesen aus Ti und deren Legierungen.

Die Proben aus dem Leicomelt-Prozess weisen zwar ein sehr grobkörniges Gefüge auf, allerdings können durch eine geeignete Wärmebehandlung (WB-Nr. 12) die in ASTM F1108-04 [1] geforderten mechanischen Eigenschaften erreicht werden. Die durchzuführende Wärmebehandlung besteht aus zwei Teilbehandlungen. Zuerst wurde das Material in Vakuum für 1 h bei 1050 °C geglüht und anschließend in ruhender Argon-Atmosphäre auf Raumtemperatur abgekühlt. Der zweite Teil der Wärmebehandlung war ein Warmauslagern, bei dem die Probe bei 850 °C für 2 h in Vakuum geglüht wurde, das darauffolgende Abkühlen erfolgte wieder in ruhender Argon-Atmosphäre. Durch diese Wärmebehandlung konnten nicht nur die mechanischen Eigenschaften den Soll-Werten [1] angepasst werden, sondern auch die Korrosionseigenschaften verbessert werden.

9 **Ausblick**

Bis das schleudergegossene Ti-6Al-4V mit Hilfe des Leicomelt-Verfahrens als eine Knieprothese verwendet werden kann, sind noch weitere Tests nötig. Nachdem die mechanischen Eigenschaften über die geeignete Wärmebehandlung eingestellt wurden, muss das Verschleißverhalten des Materials untersucht werden. Das Design der Knieprothese sieht als Reibpartner UHMWPE vor. Ti-6Al-4V besitzt keine sonderlich guten tribologischen Eigenschaften, daher muss die Oberfläche mit einer geeigneten Beschichtung, z.B. TiN versehen werden. [8, p. 452] Neben den tribologischen Eigenschaften sind noch zellbiologische Untersuchungen zur Beurteilung des Materials als Werkstoff für Knieprothesen wichtig. Diese zellbiologischen Untersuchungen werden am zfmU Universität Ulm in *in vitro* und *in vivo* Versuchen durchgeführt.

Literaturverzeichnis

- [1] ASTM, *F1108 - 04 Standard Specification for Titanium-6Aluminum-4Vanadium Alloy Castings for Surgical Implants (UNS R56406)*, ASTM International, 2009.
- [2] R. Bader, P. Bergschmidt, A. Fritsche, S. Ansorge, P. Thomas und W. Mittelmeier, „Alternative Werkstoffe und Lösungen in der Knieendoprothetik für Patienten mit Metallallergie,“ *Orthopädie*, pp. 37: 136-142, 2008.
- [3] I. Falbrede, M. Widmer, S. Kurtz, D. Schneidmüller, M. Dudda und C. Röder, „Verwendungsraten von Prothesen der unteren Extremitäten in Deutschland und der Schweiz - Ein Vergleich der Jahre 2005-2008,“ *Orthopäde*, p. 40: 793–801, 2011.
- [4] R. Bader, W. Mittelmeier und S. E., „Versagensanalyse von Knieendoprothesen. Grundlagen und methodische Ansätze zur Schadensanalyse,“ *Orthopäde*, p. 35: 896–903, 2006.
- [5] W. Plitz, „Knieendoprothetik - Werkstoffauswahl und -anforderungen,“ *Orthopädie*, pp. 29: 727-731, 2009.
- [6] E. Wintermantel und S.-W. Ha, *Medizintechnik Life Science Engineering*, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [7] „Peter Brehm GmbH,“ [Online]. Available: <https://www.peter-brehm.de/produkte/knie/bpk-s-integration/>. [Zugriff am 12 06 2019].
- [8] M. Peters und C. Leyens, *Titan und Titanlegierungen*, Weinheim: WILEY-VCH Verlag, 2002.
- [9] G. Lütjering und J. C. Williams, *Titanium*, 2nd edition, Berlin: Springer, 2007.

- [10] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde 3. Auflage, Berlin: Springer, 2007.
- [11] Y. Oshida, Bioscience and Bioengineering of Titanium Materials, Second Hrsg., London: ELSEVIER B.V., 2013.
- [12] *DIN EN ISO 10993-1 Biologische Beurteilung von Medizinprodukten –Teil 1: Beurteilung und Prüfungen im Rahmen eines Risikomanagementsystems (ISO/DIS 10993-1:2017)*, Berlin, 2017.
- [13] A. Risse, Fertigungsverfahren der Mechatronik, Feinwerk- und Präzisionsgerätetechnik, Wiesbaden: Springer-Vieweg, 2012.
- [14] „<http://www.linn-high-therm.de>,“ [Online]. Available: http://www.linn-high-therm.de/fileadmin/user_upload/pages/about_us/download/publications/induction_heating/Feingussysteme_fuer_Titan_und_Titanlegierungen_SMM.pdf. [Zugriff am 30.10.2016].
- [15] O. Kättlitz, *Technologische Entwicklung zur Herstellung von near-net shape Niederdruckturbinenschaufeln aus dem intermetallischen Werkstoff Titanaluminid im Feinguss*, Aachen, 2014.
- [16] M. Ungethüm und W. Winkler-Gniewek, „Toxikologie der Metalle und Biokompatibilität metallischer Implantatwerkstoffe,“ *Z. Orthop.* 122, pp. 99-105, 1984.
- [17] *DIN EN ISO 8044 - Korrosion von Metallen und Legierungen – Grundbegriffe*, 2019.
- [18] E. Wendler-Kalsch und H. Gräfen, *Korrosionsschadenkunde*, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1998.
- [19] H. Kaesche, *Die Korrosion der Metalle*, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1990, Nachdruck 2011.

- [20] S. Virtanen, „Corrosion and passivity of metals and coatings,“ in *Tribocorrosion of passive metals and coatings*, D. Landolt und S. Mischler, Hrsg., Cambridge, Woodhead Publishing Limited, 2011, pp. 3-28.
- [21] K.-H. Tostmann, *Korrosion: Ursachen und Vermeidung*, Weinheim: Wiley-VCH Verlag, 2001.
- [22] E. Bardal, *Corrosion and Protection*, London: Springer-Verlag, 2004.
- [23] *ASTM Standard G 102–89, Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements*, 2004.
- [24] B. BURNAT, M. WALKOWIAK-PRZYBYŁO, T. BŁASZCZYK und L. KLIMEK, „Corrosion behaviour of polished and sandblasted titanium alloys in PBS solution,“ *Acta of Bioengineering and Biomechanics*, Vol 15, Nr. 1, pp. 87-95, 2013.
- [25] E. Macherauch und H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde*, Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2011.
- [26] H. Worch , W. Pompe und W. Schatt, *Werkstoffwissenschaften* 10. Auflage, Weinheim, Germany: Wiley-VGH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [27] *DIN EN ISO 6507-1 Metallische Werkstoffe –Härteprüfung nach Vickers – Teil 1: Prüfverfahren*, 2018.
- [28] *DIN 50113 Prüfung metallischer Werkstoffe - Umlaufbiegeversuch*.
- [29] *DIN EN ISO 2080*, Berlin: Beuther Verlag GmbH, 2009.
- [30] H. Gray, „Introduction to peening,“ in *Shot Peening*, Wetzikon, Metal Finishing News, 2006, pp. 2-3.
- [31] „OSK-Kiefer GmbH,“ [Online]. Available: https://osk-kiefer.de/wp-content/uploads/Qualitaetskontrolle-und-Qualitaetssicherung_go.pdf. [Zugriff am 04 09 2018].

- [32] DIN Deutsches Institut für Normung e.V. , *DIN 50125 - Prüfung metallischer Werkstoffe – Zugproben*, Berlin: Beuth Verlag GmbH, 2016.
- [33] *ISO 16428 - Implants for surgery — Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices*, 2005.
- [34] *ISO 16429 - Implants for surgery — Measurements of open-circuit potential to assess corrosion behaviour of metallic implantable materials and medical devices over extended time periods*, 2004.
- [35] J. Limin, L. Zhimin, X. Daming und G. Jingjie, „Effects of Centrifugal Forces and Casting Modulus on Structures and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy,“ *Rare Metal Materials and Engineering Vol.45 (3)*, pp. 0581-0587, March 2016.
- [36] A. H. Fritz, *Fertigungstechnik*, Berlin: Springer Vieweg, 2018.
- [37] Y.-w. SUI , B.-s. LI , A.-h. LIU , . H. NAN, . J.-j. GUO und H.-z. FU , „Microstructures and hardness of Ti-6Al-4V alloy staging castings under centrifugal field,“ *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (18)*, pp. 291-296, 2008.
- [38] T. Tetsui, T. Kobayashi, T. Mori, T. Kishimoto und H. Harada, „Evaluation of Yttria Applicability as a Crucible for Induction Melting of TiAl Alloy,“ *Materials Transactions*, Bd. 51, Nr. 9, pp. 1656-1662, 2010.
- [39] Z. Ertuan, C. Yuyong, K. Fantao, Z. Changjiang und X. Shulong, „Effect of yttrium on microstructure and mold fillingt capacity of a near- α high temperature titanium alloy,“ *China Foundry, Vol.9 No.4*, November 2012.
- [40] B. Poorganji, A. Kazahari, T. Narushima, C. Ouchi und T. Furuhashi, „Effect of yttrium addition on grain growth of α , β and $\alpha+\beta$ titanium alloys,“ *Journal of Physics: Conference Series 240*, 2010.

- [41] W. Limberg und T. Ebel, „Metal Injection Moulding of Ti-6Al-4V with Yttrium addition,“ *Key Engineering Materials Vol. 704*, pp. 20-27, 2016.
- [42] *EN ISO 5832-3*, Brüssel: CEN - Europäisches Komitee Für Normung, 2016.
- [43] V. Läßle, Einführung in die Festigkeitslehre, Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2011.
- [44] E. Roos, K. Maile und M. Seidenfuß, Werkstoffkunde für Ingenieure 6. Auflage, Berlin: Springer Vieweg, 2017.
- [45] H. Sicius, Radioaktive Elemente: Actinoide - Eine Reise durch das Periodensystem, Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2015.
- [46] *DIN EN ISO 18265 Metallische Werkstoffe – Umwertung von Härtewerten (ISO 18265:2013)*, Berlin : DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 2013.
- [47] M. Atapour, A. Pilchak, G. Frankel, J. William und M. Shamanian, „Corrosion Behavior of Ti-6Al-4V with Different Thermomechanical Treatments and Microstructures,“ *CORROSION Vol. 66, No. 6*, pp. 065004-065004-9., 2010.
- [48] R. M. Abou Shahba, W. A. Ghannem, A. El-Sayed El-Shenawy, A. S. I. Ahmed und S. M. Tantawy, „Corrosion and Inhibition of Ti-6Al-4V Alloy in NaCl Solution,“ *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6, pp. 5499-5509, 2011.

Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 1: KNEEENDOPROTHESE [7]	3
ABBILDUNG 2: GLEITSYSTEME IM HEX A-TI (LINKS) UND KRZ B-TI (RECHTS) [8, P. 6]	6
ABBILDUNG 3: PRINZIPSKIZZE DES LINN-PROZESSES [15, P. 52]	10
ABBILDUNG 4: PRINZIPSKIZZE EINER LEICOMELT-GIEßANLAGE [15, P. 73]	11
ABBILDUNG 5: SCHEMATISCHE STROMDICHT-POTENTIAL-KURVE ALS ÜBERLAGERUNG EINER ANODISCHEN UND EINER KATHODISCHEN TEILREAKTION. DIE ANODISCHE TEILREAKTION BESCHREIBT DIE METALLAUFLÖSUNG, DIE KATHODISCHE TEILREAKTION DIE REDUKTION DES OXIDATIONSMITTELS. DIE DURCHGEZOGENE KURVE SPIEGELT DIE SUMMENKURVE DER BEIDEN TEILREAKTIONEN WIDER. BEI U_R LIEGT DAS RUHEPOTENTIAL. [21, P. 41]	13
ABBILDUNG 6: MODELL EINER ELEKTROCHEMISCHEN DOPPELSCHICHT AN DER PHASENGRENZE METALL-LÖSUNG [21, P. 268].	14
ABBILDUNG 7: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER ANODISCHEN UND KATHODISCHEN TAFELGERADEN. [21, P. 42]	15
ABBILDUNG 8: TAFEL-DIAGRAMM FÜR EINE MISCHELEKTRODE [20, P. 12]	16
ABBILDUNG 9: SCHEMATISCHE POURBAIX – DIAGRAMME FÜR DIE SYSTEME TI/H ₂ O UND AL/H ₂ O. DURCHGEZOGENE LINIEN GEBEN PHASENGRENZEN AN, ZWISCHEN DEN GESTRICHELTE LINIEN IST WASSER STABIL [20, P. 7]	17
ABBILDUNG 10: AKTIV-PASSIV ÜBERGANG FÜR EIN ANODISCH POLARISIERTES METALL [25, P. 426]	18
ABBILDUNG 11: GUSSSTAB IM LIEFERZUSTAND	23
ABBILDUNG 12: WACHSMODELL FÜR DIE GUSSSTÄBE DER FIRMA ACCESS E.V.	24
ABBILDUNG 13: PRÜFPRINZIP, GEOMETRIE DES EINDRINGKÖRPERS UND EINDRUCKS [27]	28
ABBILDUNG 14: SCHEMATISCHER VERLAUF DER MIKROHÄRTEEINDRÜCKE	30
ABBILDUNG 15: SCHEMATISCHE ZEICHNUNG EINER UMLAUFBIEGEPROBE [28]	34
ABBILDUNG 16: GUSSGEFÜGE VON TI-6AL-4V, GEGOSSEN IM LINN-VERFAHREN	36
ABBILDUNG 17: GUSSGEFÜGE VON TI-6AL-4V, GEGOSSEN IM LEICOMELT-VERFAHREN	37
ABBILDUNG 18: GUSSGEFÜGE IN RADIAL-RICHTUNG VON TI-6AL-4V, GEGOSSEN IM LINN- VERFAHREN (100X-VERGRÖßERUNG)	38
ABBILDUNG 19: GUSSGEFÜGE IN RADIAL-RICHTUNG VON TI-6AL-4V, GEGOSSEN IM LINN- VERFAHREN (200X-VERGRÖßERUNG)	38
ABBILDUNG 20: GUSSGEFÜGE IN RADIAL-RICHTUNG VON TI-6AL-4V, GEGOSSEN IM LEICOMELT®- VERFAHREN (100X-VERGRÖßERUNG)	39
ABBILDUNG 21: REM-AUFNAHME BEI 500X VERGRÖßERUNG EINER LINN-PROBE	40
ABBILDUNG 22: REM-AUFNAHME BEI 100X VERGRÖßERUNG EINER LINN-PROBE, DIE STELLEN 1-4 MARKIEREN DIE STELLEN FÜR DIE EDX-ANALYSE.	41

ABBILDUNG 23: REM AUFNAHME EINER LEICOMELT-PROBE IM LIEFERZUSTAND. MARKIERT SIND DIE STELLEN DER EDX-MESSUNGEN. STELLE 1 IST IM KORN, STELLE 2 AUF DER KORNGRENZE	44
ABBILDUNG 24: BEISPIEL EINES SPANNUNGS-DEHNUNGS-DIAGRAMMS FÜR EINE LINN – PROBE IM LIEFERZUSTAND	46
ABBILDUNG 25: BRUCHFLÄCHE EINER LINN-PROBE BEI 25X VERGRÖßERUNG	48
ABBILDUNG 26: DETAILAUFNAHME DER BRUCHFLÄCHE EINER LINN-PROBE BEI 1000X VERGRÖßERUNG, EXD – MESSUNGEN AN STELLE 1 UND 2	49
ABBILDUNG 27: BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-PROBE BEI 30X VERGRÖßERUNG	52
ABBILDUNG 28: BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-PROBE BEI 100X VERGRÖßERUNG	53
ABBILDUNG 29: MIKROHÄRTEVERLAUF EINER LINN-PROBE MIT KUGELGESTRAHLTER OBERFLÄCHE	55
ABBILDUNG 30: MIKROHÄRTEVERLAUF FÜR SP PROBEN DER ZUSTÄNDE: AS-RECEIVED (SCHWARZ), 1050 °C/2 H + 850 °C/1 H (ROT) (WB-NR. 13) UND 1050 °C/1 H + 850 °C/2 H (BLAU) (WB-NR. 12)	56
ABBILDUNG 31: WÖHLERKURVEN DER NICHT WÄRMEBEHANDELTEN LINN-PROBEN: ELEKTROPOLIERTER ZUSTAND (EP) IST MIT SCHWARZEN QUADRATEN GEKENNZEICHNET, DER GESTRAHLTE (SP) ZUSTAND MIT ROTEN PUNKTEN.	57
ABBILDUNG 32: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LINN-EP UMLAUFBIEGEPROBE: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG	58
ABBILDUNG 33: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LINN-EP UMLAUFBIEGEPROBE: RISSAUSBREITUNG UND BRUCH	58
ABBILDUNG 34: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LINN-SP UMLAUFBIEGEPROBE: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG	59
ABBILDUNG 35: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LINN-SP UMLAUFBIEGEPROBE: RISSAUSBREITUNG UND BRUCH	60
ABBILDUNG 36: WÖHLERKURVE FÜR DEN AS-RECEIVED ZUSTAND: 0,9% NACL MIT PH5 (ROT), 0,9% NACL MIT PH7 (BLAU), NORMALATMOSPHERE (SCHWARZ)	61
ABBILDUNG 37: VERGLEICH DER WÄRMEBEHANDELTEN LEICOMELT-PROBEN IM EP-ZUSTAND. TÜRKIS: 1050°C/1H + 850°C/2H; ROT: 1050°C/2H + 850°C/1H.....	62
ABBILDUNG 38: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-EP UMLAUFBIEGEPROBE MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG 1050 °C/2 H + 850 °C/1 H: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG	62
ABBILDUNG 39: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-EP UMLAUFBIEGEPROBE MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG 1050 °C/1 H + 850 °C/2 H: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG	63
ABBILDUNG 40: VERGLEICH DER WÄRMEBEHANDELTEN LEICOMELT-PROBEN IM SP-ZUSTAND. TÜRKIS: 1050°C/1H + 850°C/2H; ROT: 1050 °C/2 H + 850 °C/1 H	64

ABBILDUNG 41: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-SP UMLAUFBIEGEPROBE MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG 1050 °C/2 H + 850 °C/1 H: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG	65
ABBILDUNG 42: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-SP UMLAUFBIEGEPROBE MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG 1050 °C/1 H + 850 °C/2 H: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG	65
ABBILDUNG 43: VERGLEICH DER WÄRMEBEHANDELTEN LEICOMELT-PROBEN IM SP-ZUSTAND IN KORROSIVEM MEDIUM. TÜRKIS: 1050 °C/1 H + 850 °C/2 H (WB-NR. 12); ROT: 1050 °C/2 H + 850 °C/1 H (WB-NR. 13)	66
ABBILDUNG 44: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-SP UMLAUFBIEGEPROBE MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG 1050 °C/2 H + 850 °C/1 H IM KORROSIVEN MEDIUM: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG.....	67
ABBILDUNG 45: BEISPIELHAFTE BRUCHFLÄCHE EINER LEICOMELT-SP UMLAUFBIEGEPROBE MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG 1050 °C/1 H + 850 °C/2 H IM KORROSIVEN MEDIUM: RISSENTSTEHUNG UND RISSAUSBREITUNG.....	67
ABBILDUNG 46: VERGLEICH DER DAUERFESTIGKEITEN DER LINN- UND LEICOMELT-PROBEN AM AS-RECEIVED ZUSTAND: ROT MARKIERT DIE LEICOMELT-PROBEN, BLAU DIE LINN-PROBEN.	68
ABBILDUNG 47: DAS POTENTIAL ALS FUNKTION DER ZEIT EINER LINN-PROBE IN 0,9% NaCl BEI PH 7 UND 37 °C.....	70
ABBILDUNG 48: BEISPIEL FÜR STROMDICHT-POTENTIAL-KURVE FÜR EINE LINN-PROBE IN 0,9% NaCl BEI 37 °C UND PH 7.....	70
ABBILDUNG 49: DIE KORROSIONSSTROMDICHT i_{KORR} UND DAS KORROSIONSPOTENTIAL E_{KORR} IN ABHÄNGIGKEIT VON PH-WERT UND TEMPERATUR DES ELEKTROLYTEN BEI LINN-PROBEN IM AS-RECEIVED ZUSTAND	71
ABBILDUNG 50: DIE KORROSIONSSTROMDICHT i_{KORR} UND DIE KORROSIONSRATE IN ABHÄNGIGKEIT VON PH-WERT UND TEMPERATUR DES ELEKTROLYTEN BEI LINN-PROBEN IM AS-RECEIVED ZUSTAND	72
ABBILDUNG 51: ÄNDERUNG DES POTENTIALS IN ABHÄNGIGKEIT DER ZEIT FÜR EINE LEICOMELT-PROBE IM AS-RECEIVED ZUSTAND.....	73
ABBILDUNG 52: BEISPIEL FÜR STROMDICHT-POTENTIAL-KURVE FÜR EINE LEICOMELT-PROBE IM AS-RECEIVED ZUSTAND IN 0,9% NaCl BEI 37 °C UND PH 6	74
ABBILDUNG 53: DER KORROSIONSSTROMDICHT i_{KORR} UND DAS KORROSIONSPOTENTIAL E_{KORR} IN ABHÄNGIGKEIT VON PH-WERT UND TEMPERATUR DES ELEKTROLYTEN BEI ELEKTROPOLIERTEN LEICOMELT-PROBEN IM AS-RECEIVED ZUSTAND.....	75
ABBILDUNG 54: DIE KORROSIONSSTROMDICHT i_{KORR} UND DIE KORROSIONSRATE IN ABHÄNGIGKEIT DES PH-WERTES UND DER TEMPERATUR VON 0,9% NaCl VON WÄRMEBEHANDELTEN Ti-6Al-4V LEICOMELT-PROBEN IM AS-RECEIVED ZUSTAND	76

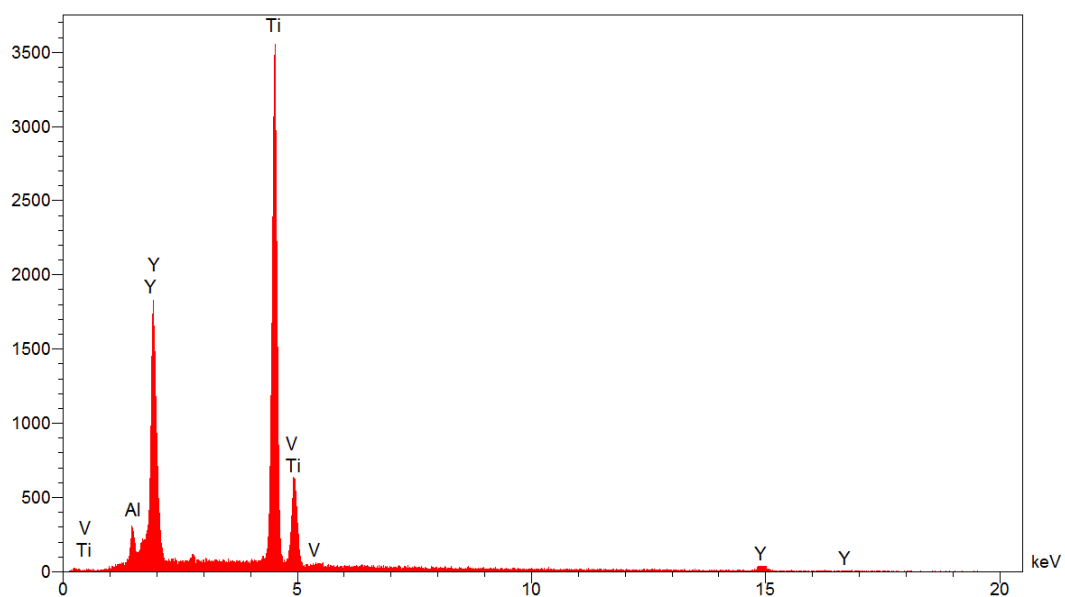
ABBILDUNG 55: ÄNDERUNG DES POTENTIALS IN ABHÄNGIGKEIT DER ZEIT FÜR EINE LEICOMELT- PROBE IM ZUSTAND WB-NR. 12	77
ABBILDUNG 56: BEISPIEL FÜR STROMDICHTÉ-POTENTIAL-KURVE FÜR EINE LEICOMELT-PROBE IM WB-NR. 12 ZUSTAND IN 0,9% NaCl BEI 37 °C UND PH 5.....	78
ABBILDUNG 57: DER KORROSIONSTROM i_{KORR} IN ABHÄNGIGKEIT VON PH-WERT UND TEMPERATUR DES ELEKTROLYTEN BEI ELEKTROPOLIERTEN LEICOMELT-PROBEN MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG WB-NR. 12	78
ABBILDUNG 58: DIE KORROSIONSTROMDICHTÉ i_{KORR} UND DIE KORROSIONSRATE IN ABHÄNGIGKEIT DES PH-WERTES UND DER TEMPERATUR VON 0,9% NaCl VON WÄRMEBEHANDELTEN Ti-6Al-4V LEICOMELT-PROBEN IM ZUSTAND WB-NR. 12.....	79
ABBILDUNG 59: ÄNDERUNG DES POTENTIALS IN ABHÄNGIGKEIT DER ZEIT FÜR EINE LEICOMELT- PROBE IM ZUSTAND WB-NR. 13	80
ABBILDUNG 60: BEISPIEL FÜR STROMDICHTÉ-POTENTIAL-KURVE FÜR EINE LEICOMELT-PROBE IM WB-NR. 13 ZUSTAND IN 0,9% NaCl BEI 40 °C UND PH 5.....	81
ABBILDUNG 61: DIE KORROSIONSTROMDICHTÉ i_{KORR} UND DAS KORROSIONSPOTENTIAL E_{KORR} IN ABHÄNGIGKEIT VON PH-WERT UND TEMPERATUR DES ELEKTROLYTEN BEI ELEKTROPOLIERTEN LEICOMELT-PROBEN MIT DER WÄRMEBEHANDLUNG WB-NR. 13	82
ABBILDUNG 62: DIE KORROSIONSTROMDICHTÉ i_{KORR} UND DIE KORROSIONSRATE IN ABHÄNGIGKEIT DES PH-WERTES UND DER TEMPERATUR VON 0,9% NaCl VON WÄRMEBEHANDELTEN Ti-6Al-4V LEICOMELT-PROBEN IM ZUSTAND WB-NR. 13.....	82

Tabellenverzeichnis

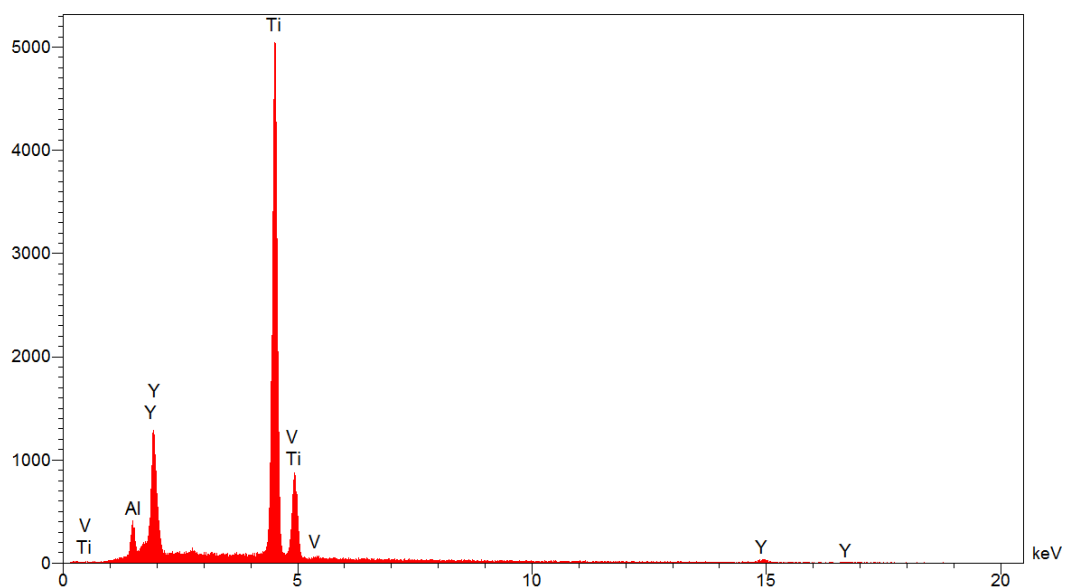
TABELLE 1: UNTERTEILUNG DER HÄRTEPRÜFUNG NACH VICKERS ANHAND DER PRÜFKRAFT [27]	20
TABELLE 2: PARAMETER FÜR DEN HIP-PROZESS	23
TABELLE 3: ÜBERSICHT ÜBER DIE DURCHGEFÜHRTEN WÄRMEBEHANDLUNGEN	25
TABELLE 4: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER STELLE 1 (VGL. ABBILDUNG 23)	41
TABELLE 5: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER STELLE 2 (VGL. ABBILDUNG 23)	42
TABELLE 6: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER STELLE 3 (VGL. ABBILDUNG 23)	42
TABELLE 7: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER STELLE 4 (VGL. ABBILDUNG 23)	43
TABELLE 8: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER EDX-MESSUNG AN STELLE 1 (VGL. ABBILDUNG 23) ...	45
TABELLE 9: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER EDX-MESSUNG AN STELLE 2 (VGL. ABBILDUNG 23) ...	45
TABELLE 10: MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN DER LINN-PROBEN ERMITTELT IM ZUGVERSUCH ...	47
TABELLE 11: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER EDX-MESSUNG AN STELLE 1 IN ABBILDUNG 26.....	49
TABELLE 12: QUANTITATIVES ERGEBNIS DER EDX-MESSUNG AN STELLE 2 IN ABBILDUNG 26.....	49
TABELLE 13: MECHANISCHE EIGENSCHAFTEN DER WÄRMEBEHANDELTEN LEICOMELT-PROBEN, ZUM VERGLEICH SIND DAS ERGEBNIS DES LIEFERZUSTANDES (AS-RECEIVED) MIT ANGEGEBEN UND DIE SOLL-WERTE NACH NORM [1].....	51
TABELLE 14: MAKROHÄRTE DER LINN- UND LEICOMELT-PROBEN IM LIEFERZUSTAND UND DER LEICOMELT-PROBEN IM WÄRMEBEHANDLUNGSZUSTAND 12 UND 13	54

Anhang

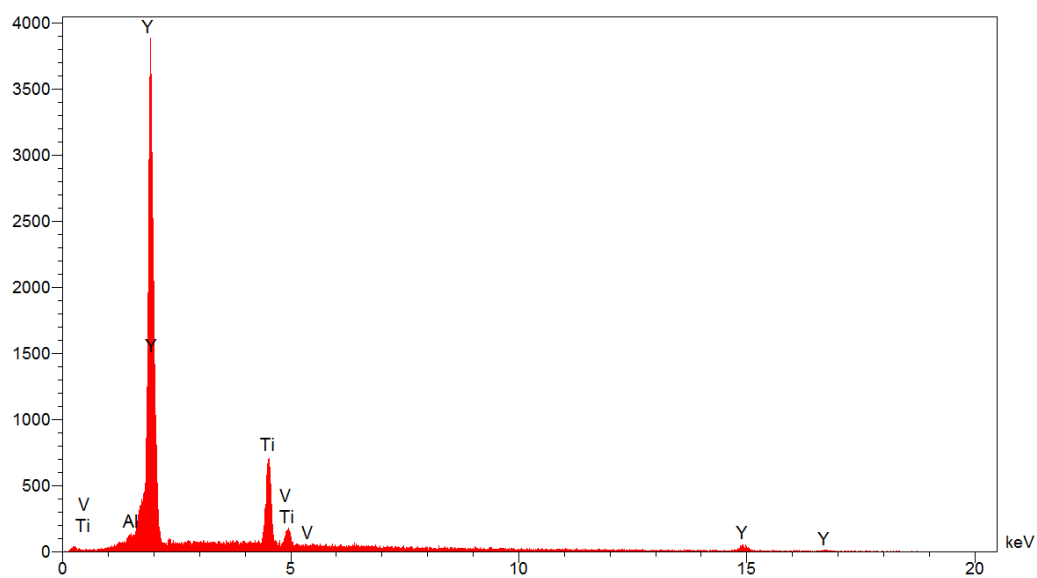
Anhang A: EDX-Spektrum an Stelle 1 der LINN-Probe (vgl. Abbildung 22)



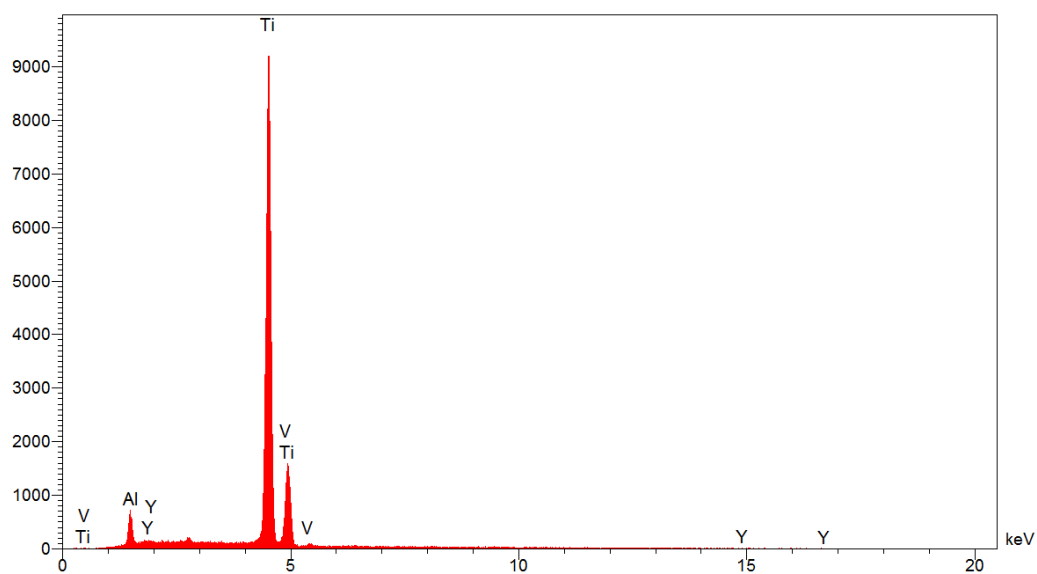
Anhang B: EDX-Spektrum an Stelle 2 der LINN-Probe (vgl. Abbildung 22)



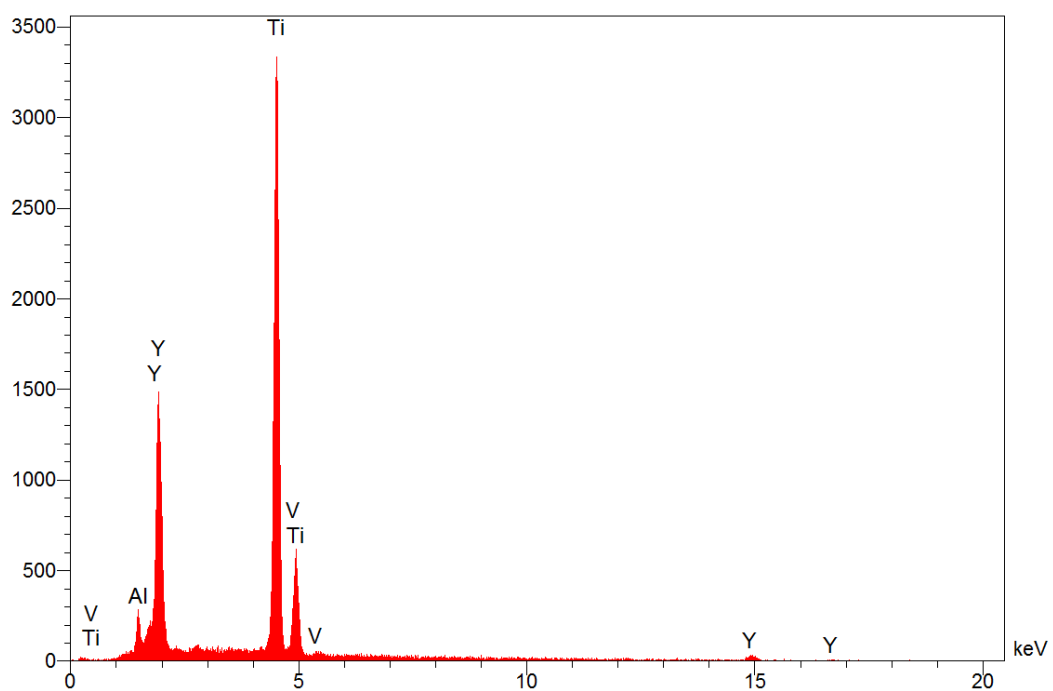
Anhang C: EDX-Spektrum an Stelle 3 der LINN-Probe (vgl. Abbildung 22)



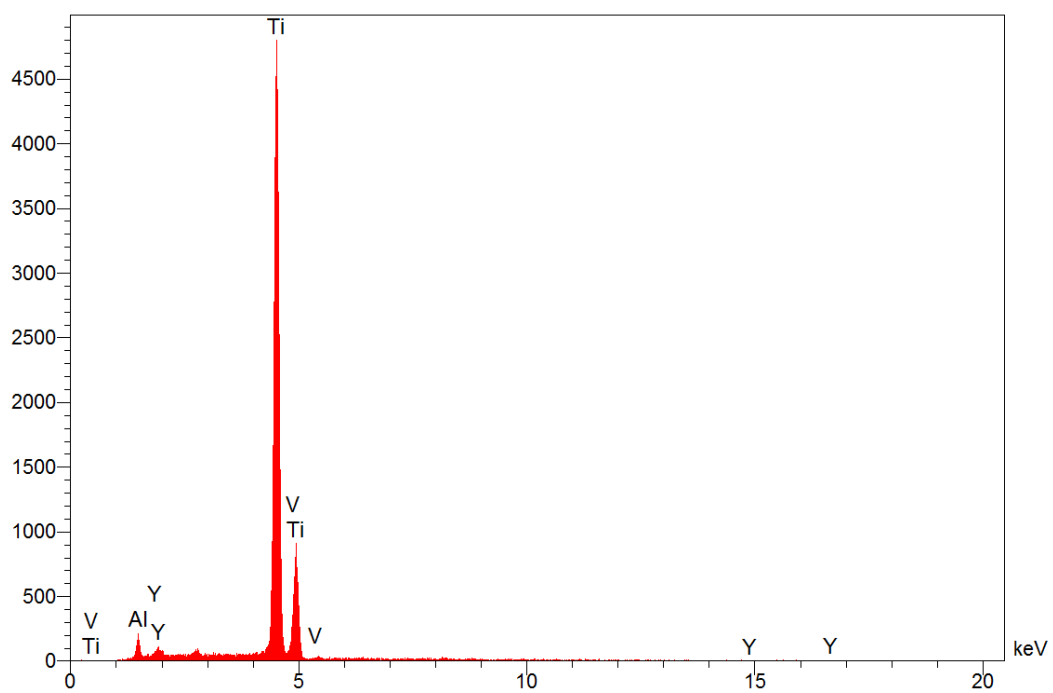
Anhang D: EDX-Spektrum an Stelle 4 der LINN-Probe (vgl. Abbildung 22)



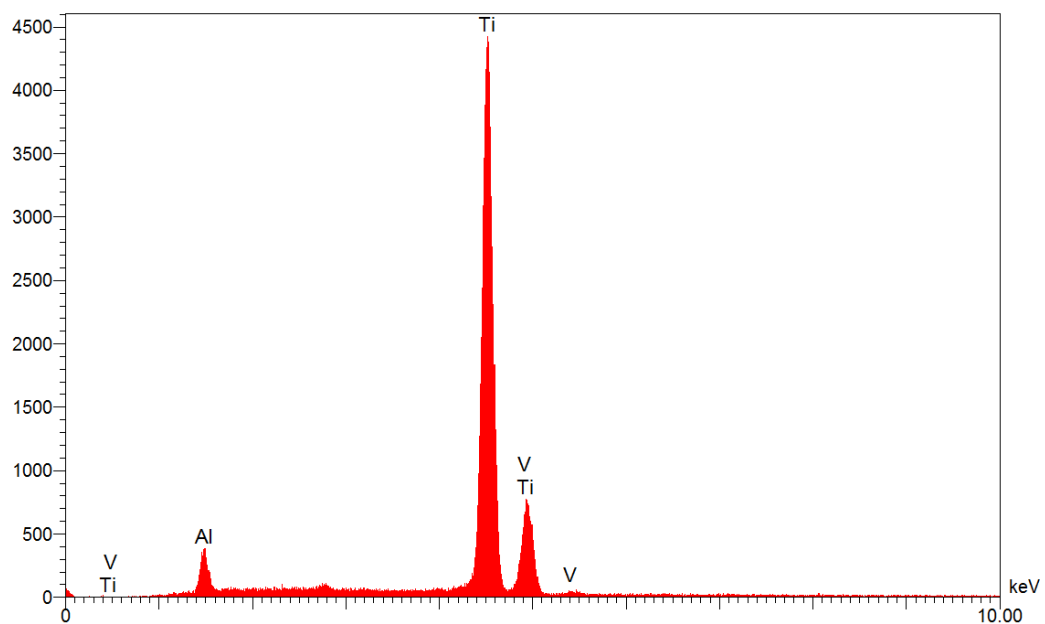
Anhang E: EDX- Spektrum an Stelle 1 der gebrochenen LINN-Probe (s. Abbildung 26)



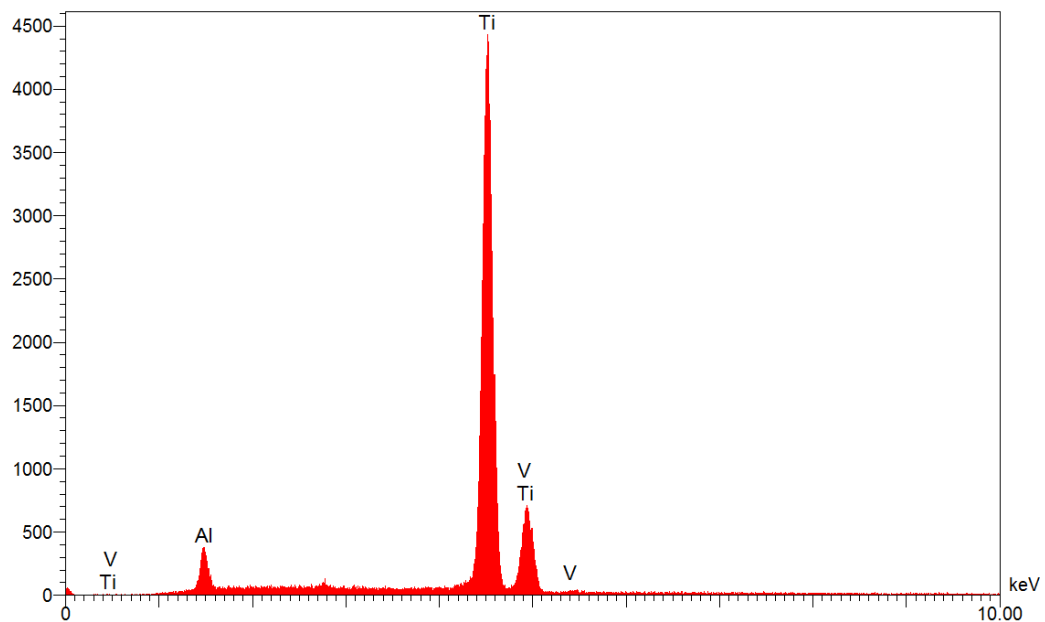
Anhang F: EDX- Spektrum an Stelle 2 der gebrochenen LINN-Probe (s. Abbildung 26)



Anhang G: EDX- Spektrum an Stelle 1 einer Leicomelt-Probe (vgl. Abbildung 23 und Tabelle 8)



Anhang H: EDX- Spektrum an Stelle 2 einer Leicomelt-Probe (vgl. Abbildung 23 und Tabelle 9)

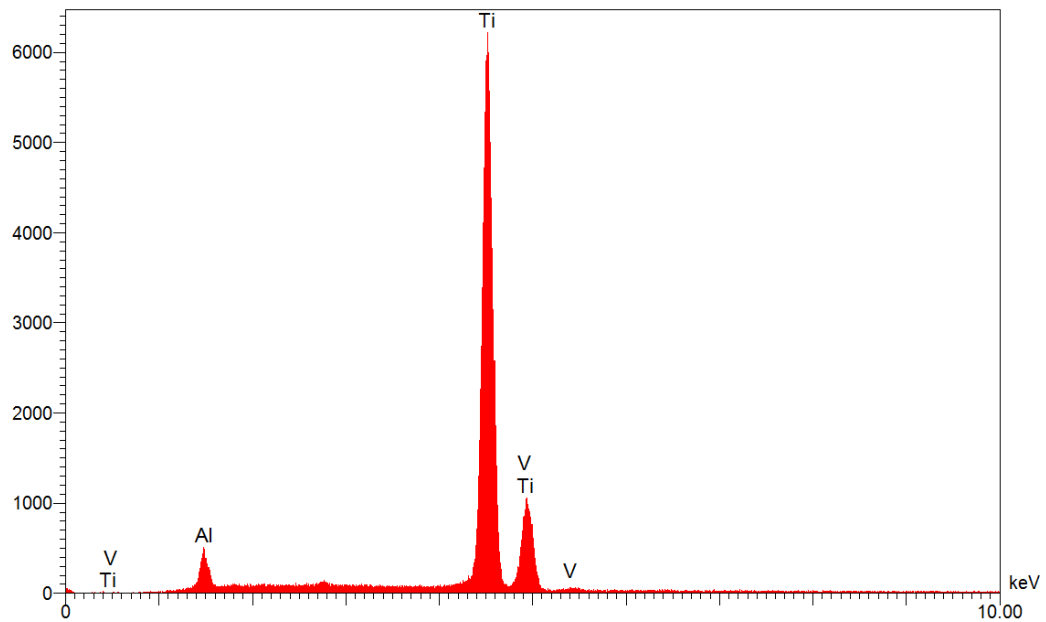


Anhang

Anhang I: Quantitatives Ergebnis der EDX-Messung im Korninneren einer Leicomelt-Probe im Lieferzustand (vgl. Anhang J)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	910,4	92,66	90,30
Al	Ka	39,8	3,64	6,30
V	Ka	32,1	3,70	3,39
Summe			100,00	100,00

Anhang J: EDX-Spektrum für die Messung im Korninneren einer Leicomelt-Probe im Lieferzustand (vgl. Anhang I)



Anhang K: Quantitatives Ergebnis der EDX-Messung auf der Korngrenze einer Leicomelt-Probe im Lieferzustand (vgl. Anhang L)

Element	Linie	Intensität	Gew.-%	Atom-%
Ti	Ka	923,3	93,09	90,58
Al	Ka	42,1	3,81	6,59
V	Ka	27,1	3,10	2,83
Summe			100,00	100,00

Anhang L: EDX-Spektrum für die Messung auf der Korngrenze einer Leicomelt-Probe im Lieferzustand (vgl. Anhang K)

